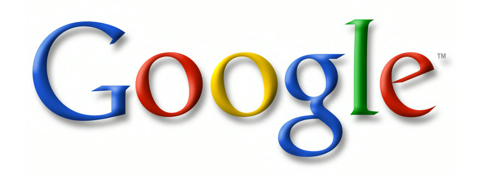
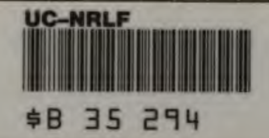
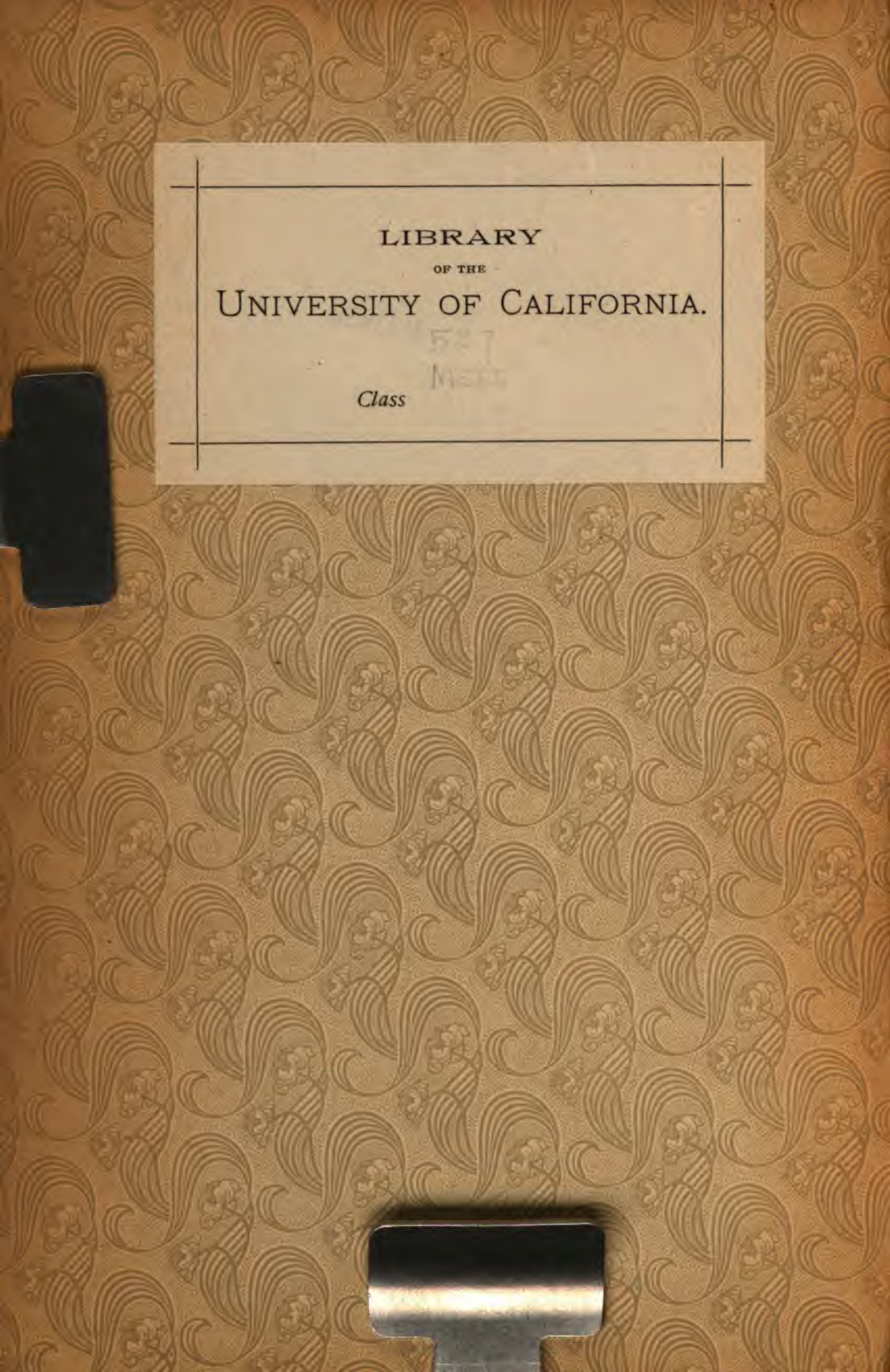

Google

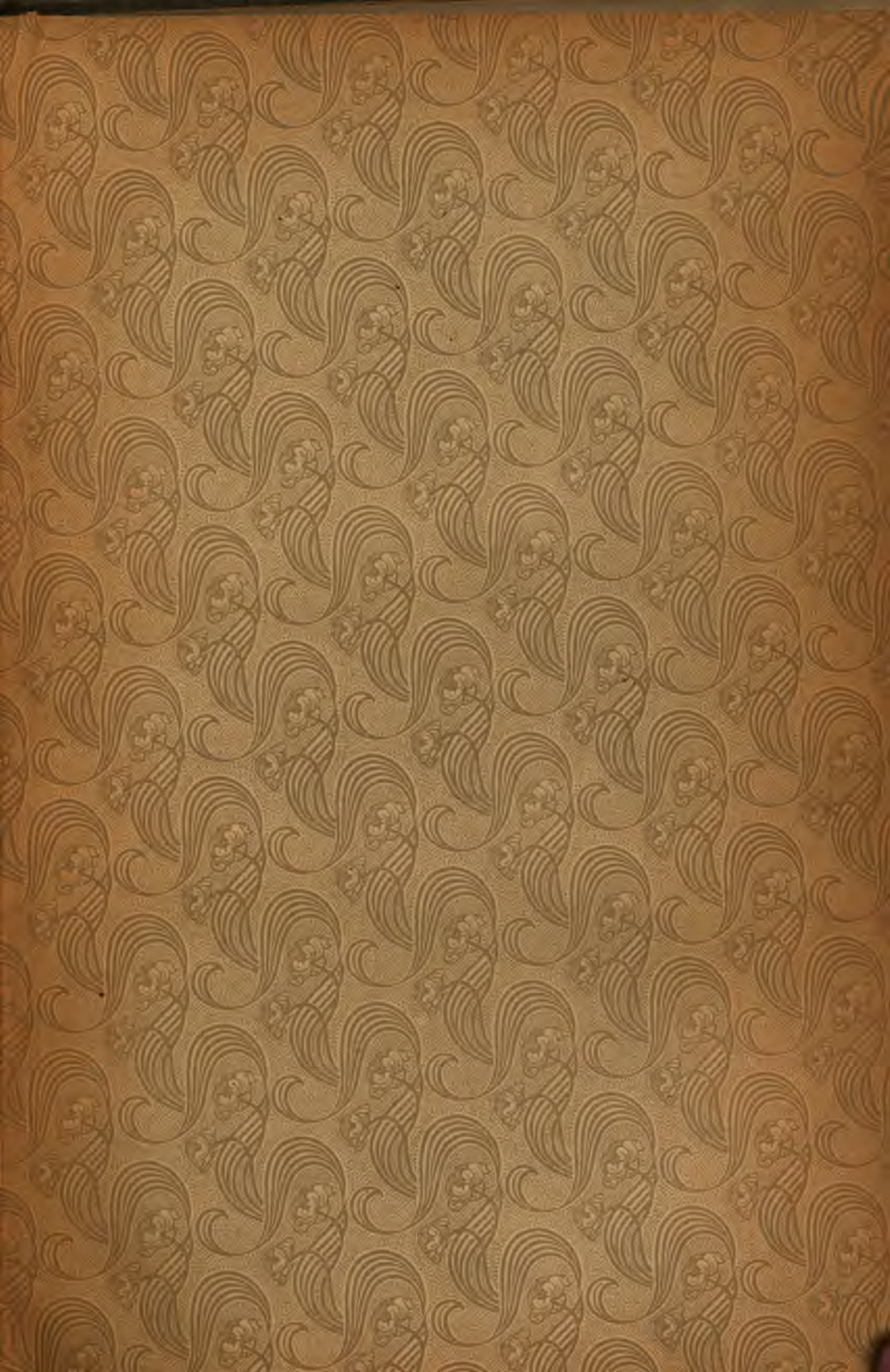


E. MERCK
DARMSTADT.

PRÜFUNG DER CHEMISCHEN REAGENZIEN AUF REINHEIT.



LIBRARY
OF THE
UNIVERSITY OF CALIFORNIA.
Class



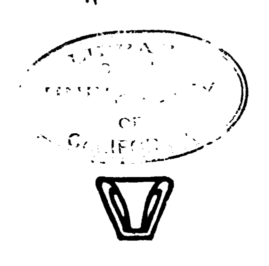
PRÜFUNG

DER

CHEMISCHEN REAGENZIEN AUF REINHEIT

VON

E. MERCK.



DARMSTADT 1905.

Vorwort.

Verschiedene Umstände, besonders aber angeregt durch die Verhandlungen der Sektion 1 des V. internationalen Kongresses für angewandte Chemie zu Berlin, und ferner der oftmals geäusserte Wunsch vieler meiner Geschäftsfreunde gaben mir Veranlassung, die Grundlage, auf die sich bisher meine Garantieleistung beim Verkauf von Analysenpräparaten bezog — „Die Prüfung der chemischen Reagenzien auf Reinheit von Dr. C. Krauch" — durch eine neue zu ersetzen.

Im vorliegenden Buche übergebe ich den interessierten Kreisen eine Sammlung von Prüfungsvorschriften, die in Zukunft für die Beurteilung meiner Analysenpräparate massgebend sein sollen. Das Buch soll demjenigen, der mit meinen Analysenpräparaten zu arbeiten beabsichtigt, ein klares Bild von der Beschaffenheit meiner Reagenzien geben; es soll zeigen, bis zu welchem Grade sich die Reinheit eines Präparates in bezug auf bestimmte Verunreinigungen erstreckt.

Um den mannigfaltigen Ansprüchen der analytisch arbeitenden Chemiker im grössten Masse Rechnung zu tragen, wurden bei der Ausarbeitung der Prüfungsvorschriften die Verwendungszwecke der Präparate, soweit sie mir bekannt waren, berücksichtigt. In der Erkenntnis, dass bei der Prüfung der Reagenzien auf Verunreinigungen die Konzentrationsverhältnisse, die Temperatur, in vielen Fällen die Zeit und andere wohl zu beachtende Umstände eine recht wesentliche Rolle spielen, wurden die Versuchsbedingungen, unter denen die Prüfung stattfinden soll, möglichst scharf präzisiert. Der Übersichtlichkeit und Klarheit wegen wurde in dem vorliegenden Buche auf alles, was nichts mit der Prüfung der Präparate zu tun hat, verzichtet, und so wurden Angaben über verschiedene Handelssorten eines Präparates oder Bemerkungen über die Aufbewahrung und über die Verwendung der Reagenzien, die man doch als hinlänglich bekannt voraussetzen konnte, weggelassen. Wenn ich mich für die alphabetische Reihenfolge der Präparate nach ihren gebräuchlichen lateinischen Namen entschloss, so geschah es aus Zweckmässigkeitsgründen. Diese Einteilung des Stoffes entspricht der-

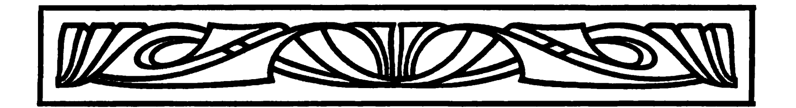
jenigen, wie sie bei der Anlage meines Index und meiner Preisliste befolgt wurde. Ein deutsches Sachregister wird das Auffinden der Präparate nach ihren deutschen Namen leicht ermöglichen.

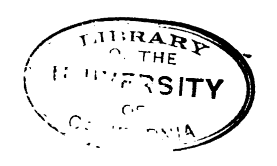
Die Atomgewichte, die allen Berechnungen zugrunde liegen, sind der Atomgewichtstabelle entnommen worden, welche der internationale Atomgewichtsausschuss für 1905 vorgeschlagen hat. (Sauerstoff = 16). Die Tabelle ist diesem Buche beigegeben. Die Angaben über die spezifischen Gewichte beziehen sich auf die Temperatur von + 15° C. Wenn des öfteren von einem unwägbaren Rückstand gesprochen wird, so ist darunter die Substanzmenge von weniger als 0.0005 g zu verstehen. Was die zur Ausführung der Prüfungen zu verwendenden Reagenzien betrifft, so sei bemerkt, dass bei Lösungen fester Präparate das Verhältnis 1 : 20 gemeint ist, wenn nicht durch besondere Angabe von Verhältniszahlen oder des spezifischen Gewichtes die Konzentration der Lösung vorgeschrieben ist. In einigen wenigen Fällen, wie z. B. bei Zinnchlorürlösung, finden sich die nötigen Angaben unter dem gleichbenannten Artikel dieses Buches.

Bei der ungeheuren Mannigfaltigkeit der Zwecke, für welche die Analysepräparate Verwendung finden, ist es wohl nicht anders möglich, als dass bei der Ausarbeitung der Prüfungsvorschriften so manches unberücksichtigt blieb, was für den einen oder andern von Wichtigkeit ist, und ich erlaube mir an die Herren Chemiker von Wissenschaft und Praxis die Bitte zu richten, etwaige Mängel mir zur Kenntnis zu bringen. Dieselben sollen bei der Neuauflage des Buches gebührende Beachtung finden. Auf diese Weise erscheint es mir erreichbar, ein Prüfungsbuch für chemische Reagenzien zu schaffen, das allen Anforderungen, die man an ein solches Buch stellen kann, entsprechen wird.

Darmstadt, im Juli 1905.

E. Merck.





Acetonum puriss.
Azeton.

CH_3 . CO . CH_3. Molekulargewicht 58.04.

Klare, farblose Flüssigkeit, die bei 56—57° siedet. Spezifisches Gewicht 0.797.

1. Prüfung auf Abdampfrückstand.

   25 ccm Azeton dürfen beim Verdunsten keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Anwesenheit von Säuren.

   Azeton soll blaues Lackmuspapier nicht röten.

3. Prüfung auf Löslichkeit in Wasser.

   Azeton muss sich mit gleichen Raumteilen Wasser klar mischen.

4. Prüfung auf Aldehyd.

   Erhitzt man 10 ccm Azeton mit 5 ccm ammoniakalischer Silberlösung 15 Minuten lang im Dampfbade, so darf sich die Flüssigkeit nicht bräunlich färben.

5. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Stoffe.

   Versetzt man 10 ccm Azeton mit 1 Tropfen Kaliumpermanganatlösung (1:1000), so soll die Rosafärbung dieser Mischung bei einer Temperatur von nicht über 15° innerhalb einer Viertelstunde nicht vollständig verschwinden.

6. Prüfung auf Wasser.

Beim Mischen von gleichen Raumteilen Azeton und Petroläther (vom Siedepunkt 40—70 °) dürfen sich keine Schichten bilden.

Anmerkung. Über quantitative Bestimmung von Azeton siehe Lunge, Chemisch-Technische Untersuchungs-Methoden, 1900, III. Band, S. 653, ferner Ber. d. deutsch. chem. Ges. Berlin **13**, 1000; **21**, 3366; Monatshefte für Chemie **12**, 524, oder Zeitschrift für analytische Chemie **31**, 573 und **33**, 87.

Acidum aceticum.
Essigsäure.

CH_3 . COOH. Molekulargewicht 60.03.

1. Acidum aceticum puriss. glaciale.
Eisessig.

Klare, farblose, stechend riechende Flüssigkeit, welche bei ca. 10 ° erstarrt und ein spezifisches Gewicht von 1.064 zeigt. Siedepunkt 117—118 °. 100 Teile enthalten mindestens 96 Teile Essigsäure.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

10 ccm Essigsäure sollen keinen wägbaren Abdampfrückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Salzsäure.

5 ccm Essigsäure, mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit 5 ccm Salpetersäure versetzt, sollen durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Schwefelsäure.

Wird eine Mischung von 10 ccm Essigsäure mit 150 ccm Wasser zum Sieden erhitzt, so darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung und nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

4. Prüfung auf Kaliumpermanganat reduzierende Verunreinigungen.

0.3 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung sollen, mit einer Mischung von 5 ccm Essigsäure und 15 ccm Wasser versetzt, die rote Farbe innerhalb 15 Minuten nicht verlieren.

5. Prüfung auf Schwermetalle und Erden.

a) 20 ccm Essigsäure sollen, mit 100 ccm Wasser verdünnt, durch Einleiten von Schwefelwasserstoff nicht verändert werden.

b) Werden 10 ccm Essigsäure mit 100 ccm Wasser verdünnt und mit Ammoniaklösung übersättigt, so darf weder durch Schwefelammonium eine grüne Färbung, noch nach Zusatz von Ammoniumoxalatlösung Trübung oder Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

6. Quantitative Bestimmung.

10 g Essigsäure werden mit Wasser auf 100 ccm verdünnt. 10 ccm dieser Flüssigkeit werden unter Anwendung von Phenolphtaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen mindestens 16 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.06003 g Essigsäure.

Der Gehalt der Essigsäure lässt sich auch aus dem spezifischen Gewicht ableiten, wenn man die Tatsache berücksichtigt, dass ein und demselben spezifischen Gewicht (über 1.0553) zwei Lösungen von verschiedenem Gehalt entsprechen.*)

---

*) Vergleiche: Lunge, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 1900, III. Band, Seite 681.

2. Acidum aceticum puriss. 90 %.
Essigsäure.

Farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.0706.

100 Teile enthalten wenigstens 90 Teile Essigsäure. Die Prüfungen und die quantitative Bestimmung werden ausgeführt, wie bei Acidum aceticum puriss. glaciale beschrieben wurde.

3. Acidum aceticum dilutum puriss.
Verdünnte Essigsäure.

Farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.041.

100 Teile enthalten ungefähr 30 Teile Essigsäure. Die Prüfungen und die quantitative Bestimmung werden ausgeführt, wie bei Acidum aceticum puriss. glaciale beschrieben wurde, jedoch sind für 10 g der letzteren 30 g Acidum aceticum dilutum puriss. zu verwenden.

Acidum aceticum anhydricum.
Essigsäure-Anhydrid.

$(CH_3 CO)_2 O$. Molekulargewicht 102.05.

Farblose, stechend riechende Flüssigkeit, welche bei 137° siedet. Spezifisches Gewicht 1.08.

Bringt man das Essigsäure-Anhydrid in Wasser, so mischt es sich zunächst nicht damit, sondern sinkt darin unter, allmählich jedoch löst es sich zu Essigsäure.

1. Prüfung auf Salzsäure.

   1 ccm Essigsäure-Anhydrid, mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit 5 ccm Salpetersäure (1.153) versetzt, soll durch Silbernitratlösung keine Veränderung erleiden.

2. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 ccm Essigsäure-Anhydrid sollen keinen wägbaren Abdampfrückstand hinterlassen.

3. Quantitative Bestimmung.

10 g Essigsäure-Anhydrid werden mit Wasser auf 100 ccm verdünnt. 10 ccm dieser Flüssigkeit werden unter Anwendung von Phenolphtaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen mindestens 19.3 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.051025 g Essigsäure-Anhydrid.

Acidum arsenicosum pur.
Arsentrioxyd. Arsenigsäure-Anhydrid.

$As_2 O_3$. Molekulargewicht 198.

Weisse, porzellan- oder glasartige Stücke oder weisses Pulver, welches sich in 15 Teilen siedendem Wasser löst.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

1 g Arsentrioxyd in einem Porzellanschälchen erhitzt (Vorsicht!), soll sich verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

2. Prüfung auf Baryumsulfat, Talk, Kalziumsulfat etc.

0.5 g Arsentrioxyd sollen sich in einem Gemisch von 5 ccm Ammoniak (0.96) und 5 ccm Wasser vollständig und klar lösen.

3. Prüfung auf Schwefelarsen.

5 g Arsentrioxyd werden in 5 ccm Natronlauge und 15 ccm Wasser gelöst; versetzt man die klare Lösung mit 2 Tropfen Bleiazetatlösung, so darf keine Veränderung eintreten.

4. Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Arsentrioxyd unter Verwendung von 6 g Kaliumbikarbonat in 50 ccm siedendem

Wasser, lässt diese Lösung auf 15^{0} erkalten und bringt sie mit Wasser auf 100 ccm.

10 ccm dieser Lösung werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit $^{1}/_{10}$ Normal-Jodlösung titriert.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal - Jodlösung = 0.00495 g Arsenigsäure-Anhydrid.

Anmerkung. Sowohl Arsenigsäure-Anhydrid in Stücken als in Pulverform hat obigen Ansprüchen zu genügen. Obige Proben sind mit dem gepulverten Präparat auszuführen, da ganze Stücke sich nur sehr schwer lösen.

Über die Verwendung des Arsentrioxyds in der Massanalyse siehe Mohrs Lehrbuch der chemisch-analytischen Titriermethode 1896, VII. Auflage, Seite 389 und ff.

Acidum boricum puriss. fusum,
für Silicatanalyse nach Jannasch.*)
Borsäureanhydrid. Borsäureglas.

B_2O_3. Molekulargewicht 70.0.

Spröde, glasartige, hygroskopische Stücke.

Prüfung auf Kieselsäure, Alkalien etc.

Man bringt 5 g des gepulverten Borsäureanhydrids in eine gewogene Platinschale, fügt 50 ccm Methylalkoholsalzsäure**) hinzu, rührt mit einem Platindraht um, bis sich alles gelöst hat, und dampft die Flüssigkeit, indem man die Platinschale auf ein Drahtnetz setzt, bei kleiner Flamme ein. Einen etwa bleibenden Rückstand behandelt man neuerdings mit 25 ccm Methylalkoholsalzsäure, verdampft wieder zur Trockene und glüht schwach. Ein wägbarer Glührückstand darf nicht verbleiben.

---

*) Literatur: Zeitschrift für anorganische Chemie 1896, Seite 211; Zeitschrift für analytische Chemie 1897, Seite 382.

**) Die Methylalkoholsalzsäure wird hergestellt, indem man reinen, wasserfreien Methylalkohol unter Abkühlung mit völlig getrocknetem Salzsäuregas sättigt. Die Methylalkoholsalzsäure verliert bei längerem Stehen ihre ursprüngliche Wirkungskraft.

Acidum carminicum puriss.*)

Karminsäure.

$C_{22} H_{22} O_{13}$.

Purpurbraune, nach dem Zerreiben dunkelrote, amorphe Masse, welche in Wasser und Alkohol leicht löslich ist. In Benzol und Chloroform ist Karminsäure unlöslich.

Karminsäure zeigt keinen konstanten Schmelzpunkt.

Prüfung auf Löslichkeit.

1 g Karminsäure löst sich in 2 ccm Wasser vollständig. Ein Zusatz von 20 ccm Alkohol (90%) soll in dieser Lösung keine erhebliche Ausscheidung bewirken.

Soll die Karminsäure als Indikator in der Azidimetrie dienen, so muss sie folgender Prüfung auf Empfindlichkeit entsprechen:

Man löst 1 g Karminsäure in 100 ccm Wasser. Versetzt man die Lösung von 5 g Ammoniumchlorid in 50 ccm Wasser mit 1 Tropfen der Karminsäurelösung, so soll nach dem Zufügen von 1 Tropfen $^{1}/_{10}$ Normal-Kalilauge der Farbenwechsel von Gelbrot in Violettrot eintreten.

---

*) Arbeiten über Karminsäure: Schmuk und Marchlewski Berichte der chemischen Gesellschaft Berlin 1894, Seite 2979; Liebermann und Voswinkel ibidem 1897, Seite 688, 1731; Liebermann, Hörig und Wiedemann ibidem 1900, Seite 149; Landau ibidem 1900, Seite 2446; Liebermann und Landau ibidem 1901, Seite 2153; Liebermann und Lindenbaum ibidem 1902, Seite 2910.

Über Karminsäure als Reagenz auf Eiweiss siehe Pharmazeutische Zentralhalle 1899, Seite 120.

Acidum chromicum puriss. cryst.
schwefelsäurefrei.
Chromsäure-Anhydrid.

CrO_3. Molekulargewicht 100.01.

Dunkelbraunrote, hygroskopische Nadeln, beziehungsweise rhombische Prismen, welche in Wasser sehr leicht löslich sind. Das Präparat ist fast 100prozentig.

1. Prüfung auf Schwefelsäure.

   2 g Chromsäureanhydrid sollen in 20 ccm Wasser klar löslich sein. Versetzt man die Lösung mit 20 ccm Salzsäure (1.124) und 1 ccm Baryumchloridlösung, so darf nicht sofort Trübung eintreten.

2. Prüfung auf Kaliumsulfat und Kaliumchromat.

   0.2 g Chromsäureanhydrid werden in einem Porzellantiegel geglüht, der Rückstand wird mit etwa 20 ccm Wasser angerieben und filtriert. Das Filtrat wird auf dem Wasserbade zur Trockene gebracht, der Rückstand bei 100^{0} getrocknet und gewogen. Der Rückstand darf nicht mehr als 0.002 g betragen.

3. Quantitative Bestimmung.

   Man löst 5 g Chromsäureanhydrid in 500 ccm Wasser. 10 ccm dieser Lösung werden in einer Stöpselflasche von ca. 400 ccm Inhalt mit 100 ccm Wasser verdünnt und mit 5 g Kaliumjodid und 2 ccm Salzsäure (1.124) versetzt. Man lässt die Mischung ca. 10 Minuten lang unter öfterem Umschütteln stehen, verdünnt mit 200 ccm Wasser und titriert mit $^{1}/_{10}$ Nomal-Natriumthiosulfatlösung.

   1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.003336 g Chromsäureanhydrid.

Acidum citricum albiss. puriss.
Zitronensäure.

$C_6 H_8 O_7 + H_2 O$. Molekulargewicht 210.08.

Farb- und geruchlose, an warmer Luft oberflächlich verwitternde, rhombische Prismen.

Zitronensäure löst sich in 0.75 Teilen kaltem, in 0.5 Teilen siedendem Wasser, ferner in 1 Teil Alkohol (85 %) und in 50 Teilen Äther.

1. Prüfung auf Oxalsäure und Weinsäure.*)

   Wird 1 g Zitronensäure in 2 ccm Wasser gelöst, die Lösung mit 10 Tropfen Kaliumazetatlösung (1 : 2) und 5 ccm Alkohol versetzt, so darf eine Trübung nicht eintreten. Auch dürfen sich nach 2 Stunden kristallinische Abscheidungen nicht zeigen.

2. Prüfung auf Weinsäure und Zucker.

   Eine Mischung von 1 g Zitronensäure und 10 ccm Schwefelsäure, welche in einem mit Schwefelsäure gespülten Porzellanmörser bereitet worden ist, darf sich höchstens schwach gelb, aber nicht braun färben, wenn sie in einem Reagenzglase 1 Stunde lang im siedenden Wasserbade erwärmt wird.

3. Prüfung auf Schwefelsäure.

   20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 10) sollen durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Kalk.

   20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 10) sollen durch Ammoniumoxalatlösung nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Blei.**)

   Versetzt man die Lösung von 5 g Zitronensäure in 10 ccm Wasser mit 12 ccm Ammoniaklösung

---

*) Über Prüfung der Zitronensäure auf Weinsäure siehe Merck's Reagenzien-Verzeichnis, Seite 170.

**) Prüfung von Zitronensäure auf Bleiverbindungen siehe Zeitschrift für analytische Chemie 1893, Seite 465.

(0.96,) so darf nach Zusatz von frischem, gesättigtem Schwefelwasserstoffwasser Dunkelfärbung nicht eintreten.

6. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.
1 g Zitronensäure darf nach dem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

7. Quantitative Bestimmung.
Wird 1 g Zitronensäure in 30 ccm Wasser gelöst und unter Anwendung von Phenolphtaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert, so sollen bis zum Eintritt der Rotfärbung nicht weniger als 14.2 ccm Normal-Kalilauge erforderlich sein:
1 ccm Normal-Kalilauge = 0.07002 g Zitronensäure.

Acidum gallicum albiss. pur. cryst.
Gallussäure.

$C_6 H_2 (OH)_3 . (COOH) + H_2O$. Molekulargewicht 188.06.

Farblose oder schwach gelblich gefärbte Nadeln oder Prismen, die bei 220° unter langsamer Zersetzung schmelzen. Gallussäure löst sich in 130 Teilen kaltem Wasser, in 3 Teilen siedendem Wasser, in 5 Teilen Alkohol und 40 Teilen Äther.

1. Prüfung auf Löslichkeit in Wasser.
1 g Gallussäure soll sich beim Erhitzen in 20 ccm Wasser vollständig lösen. Die Lösung sei farblos oder nur sehr schwach gelb gefärbt.

2. Prüfung auf den Wassergehalt.
Trocknet man 1 g Gallussäure bei 100° bis zur Gewichtskonstanz, so darf sie nicht mehr als 0.10 g an Gewicht verlieren.

3. Prüfung auf Schwefelsäure.
Die wässerige Lösung (1 : 50) darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure und Baryumchloridlösung

innerhalb einer Stunde keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

4. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.
   1 g Gallussäure darf nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

Acidum hydrobromicum puriss.
Bromwasserstoffsäure.

H Br. Molekulargewicht 80.96.

Klare, farblose oder schwach gelb gefärbte Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.38, welche ca. 40% Bromwasserstoff enthält.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.
   10 g Bromwasserstoffsäure sollen nach dem Eindampfen auf dem Wasserbade nicht mehr als 0.0005 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.
   Werden 5 g Bromwasserstoffsäure mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Baryumchloridlösung versetzt, so darf innerhalb 12 Stunden eine Abscheidung von Baryumsulfat nicht erfolgen.

3. Prüfung auf Schwermetalle.
   a) 10 g Bromwasserstoffsäure werden mit 10 ccm Wasser verdünnt und mit 5 ccm Schwefelwasserstoffwasser überschichtet; nach 1stündigem Stehen darf zwischen den beiden Flüssigkeitsschichten weder eine Färbung noch ein gelber Ring entstehen.
   b) 20 g Bromwasserstoffsäure werden mit 20 ccm Wasser verdünnt, mit 30 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt und einige Tropfen Schwefelammonium und Ammoniumoxalatlösung zugefügt.

Es darf auch nach 2stündigem Stehen weder eine braune Färbung eintreten, noch darf Abscheidung eines Niederschlages erfolgen.

c) 5 g Bromwasserstoffsäure, mit 25 ccm Wasser verdünnt, sollen nach Zusatz von einigen Tropfen Kaliumrhodanidlösung keine rötliche Färbung zeigen.

4. Prüfung auf Salzsäure.

2 oder 3 Tropfen Bromwasserstoffsäure werden, nachdem sie mit 4 ccm Wasser verdünnt wurden, mit 15 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung versetzt. Man fügt 6 ccm Ammoniumkarbonatlösung zu (1 Teil Ammoniumkarbonat, 1 Teil Ammoniaklösung vom spezifischen Gewicht 0.96 und 3 Teile Wasser), schüttelt 5 Minuten und filtriert. Das Filtrat darf nach dem Ansäuern mit Salpetersäure höchstens eine schwache Trübung zeigen.

5. Prüfung auf Jodwasserstoffsäure.

Man fügt zu einem Gemisch von 5 Tropfen Bromwasserstoffsäure, 5 ccm Wasser und 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) 1 Tropfen Silbernitratlösung. Die Mischung soll nach dem Umschütteln klar sein oder darf höchstens nur so getrübt erscheinen, dass ihre Durchsichtigkeit nicht vollständig gestört wird.

Ausser dieser kann noch die folgende Prüfung auf Jodwasserstoff ausgeführt werden:

Werden 5 ccm Bromwasserstoffsäure mit 1 Tropfen Eisenchloridlösung versetzt und mit 5 ccm Chloroform geschüttelt, so darf letzteres sich nicht violett färben.

6. Prüfung auf phosphorige Säure und Phosphorsäure.

Man erhitzt 1 g Bromwasserstoffsäure mit 1 ccm Salpetersäure (1.153) zum Kochen, versetzt nach

dem Erkalten das Gemisch mit 4 ccm Ammoniaklösung (0.96) und fügt 1 ccm Magnesiumsulfatlösung zu. Es darf auch nach 2stündigem Stehen keine Abscheidung erfolgt sein.

7. Quantitative Bestimmung.

5 g Bromwasserstoffsäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Normal-Kalilauge unter Anwendung von Methylorange als Indikator titriert. Bis zum Farbenumschlag sollen mindestens 24.6 ccm Normal-Kalilauge erforderlich sein.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.08096 g Bromwasserstoff.

Acidum hydrochloricum.

Chlorwasserstoffsäure. Salzsäure.

H Cl. Molekulargewicht 36.45.

1. Acidum hydrochloricum pur. fumans.

Klare, farblose, an der Luft rauchende Flüssigkeit. Spezifisches Gewicht 1.19.

100 Teile dieser Säure enthalten ca. 37 Teile Chlorwasserstoff.

1. Prüfung auf Schwefelsäure.

100 g Salzsäure werden in einer Platinschale auf dem Wasserbade bis auf ca. 5 ccm eingedampft. Der Rest wird mit 20 ccm Wasser verdünnt und mit Baryumchloridlösung versetzt; nach 12 Stunden darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

2. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

20 g Salzsäure sollen, in einer Platinschale auf dem Wasserbad verdampft, keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

3. Prüfung auf Chlor.*)

5 g Salzsäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Jodzinkstärkelösung versetzt. Eine Blaufärbung der Flüssigkeit darf innerhalb 10 Minuten nicht eintreten.

4. Prüfung auf schweflige Säure.

50 ccm Wasser werden mit 1 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung und einigen Tropfen Stärkelösung blau gefärbt. Zu dieser Flüssigkeit fügt man eine Mischung von 5 g der zu prüfenden Salzsäure und 50 ccm Wasser. Nach dem Umschütteln soll die Flüssigkeit nicht entfärbt werden.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

a) Man verdünnt 20 g Salzsäure mit 200 ccm Wasser, erwärmt die Flüssigkeit auf ca. 70° und leitet etwa 20 Minuten lang Schwefelwasserstoff ein. Nach 2stündigem Stehen darf sich kein Niederschlag zeigen.

b) 20 g Salzsäure werden mit 20 ccm Wasser verdünnt, mit 50 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammonium versetzt; es darf weder eine dunkle Färbung noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

c) 5 g Salzsäure mit 20 ccm Wasser verdünnt, sollen nach Zusatz von einigen Tropfen Kaliumrhodanidlösung eine rötliche Färbung nicht zeigen.

6. Prüfung auf Kalk.

Werden 20 ccm Salzsäure mit 20 ccm Wasser verdünnt, mit 50 ccm Ammoniaklösung (0,96) und einigen ccm Ammoniumoxalatlösung versetzt, so darf nach 2stündigem Stehen keine Abscheidung eines Niederschlages eingetreten sein.

---

*) Über Prüfung der Salzsäure auf Chlor siehe ferner Zeitschrift für analytische Chemie 1892, Seite 201.

7. Prüfung auf Arsen.

200 g Salzsäure werden unter Zusatz von 0.1 g Kaliumchlorat auf dem Wasserbad eingedampft. Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und spült alsdann den Abdampfrückstand mit verdünnter Schwefelsäure in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach 1stündigem Gange darf höchstens ein minimaler Anflug, aber kein deutlicher Arsenspiegel in der Reduktionsröhre wahrnehmbar sein.

8. Quantitative Bestimmung.

Der Gehalt der Säure lässt sich am einfachsten aus dem spezifischen Gewicht ermitteln.*)

Werden 3 g Salzsäure mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Normal-Kalilauge unter Anwendung von Methylorange als Indikator titriert, so sollen mindestens 30.5 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.03645 g Chlorwasserstoff.

2. Acidum hydrochloricum pur. 1,124.
Verdünnte Chlorwasserstoffsäure.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.124.

100 Teile dieser Säure enthalten 25 Teile Chlorwasserstoff.

Die Prüfung wird ausgeführt, wie bei Acidum hydrochloricum purum fumans beschrieben wurde, jedoch sind für 10 g Acidum hydrochloricum fumans 15 g der Säure vom spezifischen Gewicht 1.124 zur Prüfung zu verwenden.

---

*) Siehe Tabelle von Lunge und Marchlewski; Lunge, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 1904. Band I, Seite 419.

Quantitative Bestimmung.

5 g werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Normal-Kalilauge unter Anwendung von Methylorange als Indikator titriert; es sollen hierzu mindestens 34.3 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden.

Acidum hydrofluoricum fumans puriss.
Fluorwasserstoffsäure. Flusssäure.

H F. Molekulargewicht 20.00.

Farblose oder fast farblose Flüssigkeit, welche 38—40 % Fluorwasserstoff enthält.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

20 g Flusssäure, in einer Platinschale verdampft, sollen nach dem schwachen Glühen höchstens 0.001 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.

2 g Flusssäure werden im Wasserbade verdampft, der Rückstand wird mit 10 ccm Wasser aufgenommen, mit einigen Tropfen Salpetersäure und Baryumnitratlösung versetzt. Es darf nicht sofort Trübung und auch nach einiger Zeit höchstens schwache Opaleszenz eintreten.

3. Prüfung auf Kalk.

5 g Flusssäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt, mit Ammoniaklösung übersättigt und mit Ammoniumoxalatlösung versetzt. Es darf nicht sofort eine Trübung eintreten.

4. Prüfung auf Magnesia.

5 g Flusssäure, mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion

versetzt, sollen nach Zusatz von Ammoniumphosphatlösung innerhalb 3 Stunden keine Abscheidung zeigen.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

a) 10 g Flusssäure werden mit 40 ccm Wasser verdünnt, die Flüssigkeit wird erwärmt und mit Schwefelwasserstoff gesättigt; es darf dabei weder ein gelber noch ein dunkelgefärbter Niederschlag entstehen.

b) Man verdünnt 5 g Flusssäure mit 50 ccm Wasser, macht die Lösung mit Ammoniak alkalisch und prüft mit Schwefelammonium; es darf weder eine grüne Färbung eintreten, noch darf eine Fällung entstehen.

6. Prüfung auf Salzsäure.

2 g Flusssäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit einigen Tropfen Salpetersäure und Silbernitratlösung versetzt; die Flüssigkeit darf höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

7. Prüfung auf Kieselfluorwasserstoff.

Werden 5 g Flusssäure mit 20 ccm Wasser verdünnt und mit 2 ccm einer kalt gesättigten Kaliumchloridlösung versetzt, so darf nach dem Zufügen von 40 ccm Alkohol (85 %) keine Trübung oder Fällung entstehen.

8. Quantitative Bestimmung.

2 g Flusssäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und unter Anwendung von Phenolphtaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.020 g Fluorwasserstoff.

Über die Titration der Flusssäure siehe Katz, Chemiker-Zeitung 1094, S. 356 u. 387.

Acidum hydrojodicum.
Jodwasserstoffsäure.

HJ. Molekulargewicht 127.97.

1. Acidum hydrojodicum 1.5.

Farblose Flüssigkeit, die sich unter dem Einfluss von Licht und Luft infolge Ausscheidung von Jod rasch gelb bis braun färbt. Spezifisches Gewicht 1.50. Die Säure enthält ca. 43 % Jodwasserstoffsäure.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.
   5 g Jodwasserstoffsäure sollen einen wägbaren Abdampfrückstand nicht hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.
   Werden 5 g Jodwasserstoffsäure mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Baryumchloridlösung versetzt, so darf innerhalb 12 Stunden eine Abscheidung von Baryumsulfat nicht erfolgen.

3. Prüfung auf Schwermetalle und Erden.
   10 g Jodwasserstoffsäure werden mit 100 ccm Wasser verdünnt; durch Einleiten von Schwefelwasserstoff darf kein gefärbter Niederschlag abgeschieden werden; ferner soll die Flüssigkeit nach dem Übersättigen mit Ammoniaklösung weder durch Schwefelammonium noch durch Ammoniumoxalatlösung verändert werden.

4. Prüfung auf Chlor- und Bromwasserstoff.
   1 g Jodwasserstoffsäure wird mit 20 ccm Wasser verdünnt, mit Silbernitratlösung im Überschuss versetzt und nach Zufügen von 30 ccm Ammoniaklösung (0.96) gut geschüttelt. Man filtriert; das Filtrat soll nach dem Ansäuern mit Salpetersäure nur schwache Trübung*) zeigen, keineswegs darf ein Niederschlag abgeschieden werden.

---

*) Eine schwache Trübung muss gestattet sein, da Jodsilber in Ammoniaklösung nicht vollständig unlöslich ist.

5. Quantitative Bestimmung.

5 g Jodwasserstoffsäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert. Bis zum Farbenumschlag sollen mindestens 17 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.12797 g Jodwasserstoff.

2. Acidum hydrojodicum pur. 1.70, für Methoxylbestimmung nach Zeisel.

Gelb oder braun gefärbte Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.70. Die Säure enthält ca. 57 % Jodwasserstoff.

Die Prüfungen auf nicht flüchtige Verunreinigungen und auf Schwefelsäure werden ausgeführt, wie bei Acidum hydrojodicum 1.5 beschrieben wurde.

Bei der Titration verwendet man Phenolphtaleïn als Indikator.

Acidum hydro-silicio-fluoricum puriss. Kieselfluorwasserstoffsäure.

$H_2 Si F_6$. Molekulargewicht 144.41.

Wasserhelle Flüssigkeit, deren spezifisches Gewicht ca. 1.06 betragen soll. Diesem spezifischen Gewicht entspricht ein Gehalt von 7.5 % Kieselfluorwasserstoff.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

5 g Kieselfluorwasserstoffsäure werden in einer Platinschale verdampft; es darf kein wägbarer Rückstand bleiben.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

5 g Kieselfluorwasserstoffsäure werden mit 10 ccm Wasser verdünnt und mit einigen Tropfen Salzsäure und 10 ccm Schwefelwasserstoffwasser versetzt. Die Flüssigkeit bleibe unverändert.

3. Prüfung auf Schwefelsäure.

Werden 5 g Kieselfluorwasserstoffsäure mit 10 ccm Wasser verdünnt und mit einer Lösung von barytfreiem Strontiumnitrat versetzt, so darf auch nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung erfolgt sein.

Anmerkung. Über die Bestimmung der Kieselfluorwasserstoffsäure siehe Chemikerzeitung 1904, Katz, S. 356 und 387.

Acidum jodicum cryst. pur.
Jodsäure.

HJO_3. Molekulargewicht 175.97.

Farblose, rhombische Kristalle oder weisses kristallinisches Pulver, in Wasser leicht (1 : 1), in Alkohol sehr schwer löslich. Die wässerige Lösung rötet blaues Lackmuspapier zuerst und bleicht es dann.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

2 g Jodsäure sollen beim Erhitzen einen wägbaren Rükstand nicht hinterlassen.

2. Prüfung auf Löslichkeit.

1 g Jodsäure soll sich in 1 ccm Wasser vollständig und farblos lösen.

3. Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Jodsäure in 100 ccm Wasser; 10 ccm dieser Lösung werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit 2 g Kaliumjodid und 5 ccm verdünnter Schwefelsäure versetzt. Man titriert das freigewordene Jod unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Natriumthiosulfatlösung = 0.002933 g Jodsäure.

Acidum jodicum anhydricum pur.
Jodsäure-Anhydrid.

$J_2 O_5$. Molekulargewicht 333.94.

Weisses, kristallinisches Pulver, in Wasser unter Bildung des Hydrats — HJO_3 — löslich, unlöslich in absolutem Alkohol, Äther und Schwefelkohlenstoff.

Die Prüfungen und die quantitative Bestimmung werden ausgeführt, wie bei Jodsäure beschrieben wurde.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Natriumthiosulfatlösung = 0.00278283 g $J_2 O_5$.

Acidum molybdaenicum puriss.
Molybdänsäure-Anhydrid,
ammoniakfrei und salpetersäurefrei.

$Mo O_3$. Molekulargewicht 144.00.

Schwach gelblich gefärbtes Pulver, welches öfter einen schwachen Stich ins Bläuliche zeigt, der von Spuren von Molybdänoxyd herrührt. Das Präparat ist ca. 100prozentig.

1. Prüfung auf Salze der Alkalien.

Erhitzt man 1 g Molybdänsäure-Anhydrid in einem Reagenzglase, so beginnen bei Rotglut die der Glaswand anliegenden Partien zu schmelzen, während an der kälteren Oberfläche Kristallbildung von sublimiertem Anhydrid beobachtet wird. Ist das Molybdänsäure-Anhydrid durch Salze der Alkalien verunreinigt, so schmilzt das Ganze zu einer dunkelgefärbten Masse zusammen. In diesem Falle ist die Schmelztemperatur eine niedrigere.

2. Prüfung auf Ammoniumsalz.

Wird 1 g Molybdänsäure-Anhydrid mit Natronlauge bis zum Sieden erhitzt, so darf Ammoniak nicht entweichen, welches durch feuchtes Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

3. **Prüfung auf Löslichkeit in Ammoniaklösung und auf Schwermetalle.**

2 g Molybdänsäure-Anhydrid sollen in einem Gemisch von 10 ccm Wasser und 5 ccm Ammoniaklösung (0.910) bei gelindem Erwärmen vollständig und klar löslich sein. Diese Lösung färbt sich nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser schwach gelb. Sie soll dann innerhalb 10 Minuten die Farbe nicht mehr ändern und keinen Niederschlag abscheiden.

4. **Prüfung auf Phosphorsäure.**

10 g Molybdänsäure-Anhydrid werden in 25 ccm Wasser und 15 ccm Ammoniaklösung (0.910) gelöst. Die Lösung darf nach dem Mischen mit 150 ccm Salpetersäure (1.153) und nach 2stündigem Stehen bei ca. 40° Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht zeigen.

5. **Prüfung auf Salpetersäure.**

1 g Molybdänsäure-Anhydrid wird mit 10 ccm Wasser geschüttelt. Nach Zusatz von einem Körnchen Natriumchlorid und einem Tropfen Indigolösung (1 : 1000) versetzt man die Flüssigkeit mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure. Die blaue Farbe der Flüssigkeit darf nicht verschwinden.

6. **Quantitative Bestimmung.**

0.5 g Molybdänsäure-Anhydrid werden in 50 ccm Wasser, dem man 1 ccm Ammoniaklösung (0.910) zugefügt hat, unter gelindem Erwärmen gelöst. Diese Lösung säuert man mit 5 ccm Essigsäure (1.041) an, verdünnt sie mit 200 ccm Wasser, erhitzt zum Sieden, fügt sodann eine Lösung von 1.5 g kristallisiertem Bleiazetat in 20 ccm Wasser zu und kocht einige Minuten unter fortwährendem Rühren, wodurch der anfangs milchige Niederschlag eine körnige Beschaffenheit erlangt und gut filtrierbar wird. Man filtriert den Niederschlag auf vorher bei 100°

getrocknetem und gewogenem Filter ab und wäscht ihn mit siedendem Wasser so lange aus, bis das Waschwasser, mit Schwefelwasserstoffwasser geprüft, keine Reaktion mehr zeigt. Man trocknet den Niederschlag bei 100° bis zum konstanten Gewicht und glüht sodann einen Teil davon. Der Glührückstand hat die Zusammensetzung $Pb\,Mo\,O_4$.

Faktor: $\left(\frac{Mo\,O_3}{Pb\,Mo\,O_4}\right)$ 0.39247.

Acidum molybdaenicum pur.
Molybdänsäure.

$H_2\,Mo\,O_4$. Molekulargewicht 162.01.

Weisses oder schwach gelblichweisses Pulver, welches etwa 85 % Molybdänsäure-Anhydrid enthält.

1. Prüfung auf Löslichkeit in Ammoniaklösung und auf Schwermetalle.

   2 g Molybdänsäure sollen in 10 ccm Wasser und 5 ccm Ammoniaklösung (0.910) vollständig und klar löslich sein. Nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser nimmt die Flüssigkeit eine schwach gelbe Farbe an. Grünfärbung oder Fällung soll jedoch nicht eintreten.

2. Prüfung auf Phosphorsäure.

   Wie bei Acidum molybdaenicum puriss. angegeben ist.

3. Quantitative Bestimmung.

   Wie bei Acidum molybdaenicum puriss. beschrieben wurde.

Acidum naphthylamin-sulfonicum *α* puriss.
1.4 Naphthylaminsulfosäure. Naphthionsäure.

$C_{10}H_6\overset{I}{(NH_2)}\overset{IV}{(SO_3H)} + \frac{1}{2}H_2O$. Molekulargewicht 232.18.

Weisses Pulver oder kleine, glänzende, farblose Nadeln (aus heissem Wasser kristallisiert), die beim Erhitzen verkohlen, ohne zu schmelzen. Naphthionsäure ist in ca. 4000 Teilen kaltem Wasser löslich, leichter in heissem Wasser, kaum löslich in Alkohol und unlöslich in Äther. Die Lösung der Naphthionsäure in Ammoniaklösung zeigt violette Fluoreszenz.

Anmerkung: Über die Verwendung der Naphthionsäure zum Nachweis und zur kolorimetrischen Bestimmung kleiner Mengen von salpetriger Säure siehe Zeitschrift für analytische Chemie 1896, Seite 677 und 1897, Seite 306; oder Merck's Reagenzien-Verzeichnis 1903, Seite 120.

Acidum nitricum.
Salpetersäure.

HNO_3. Molekulargewicht 63.04.

1. Acidum nitricum puriss. 1.20.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.2, welche ca. 33 % HNO_3 enthält.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 ccm Salpetersäure sollen nach dem Eindampfen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.

   10 ccm Salpetersäure werden mit 90 ccm Wasser verdünnt und mit Baryumchloridlösung versetzt; nach 12stündigem Stehen soll eine Abscheidung von Baryumsulfat nicht erfolgt sein.

3. Prüfung auf Halogenwasserstoffsäuren.

10 ccm Salpetersäure mit 90 ccm Wasser verdünnt, sollen durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Schwermetalle und Erden.

20 ccm Salpetersäure werden mit 80 ccm Wasser verdünnt und mit Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion versetzt. Nach Zufügen von einigen Tropfen Schwefelammonium und Ammoniumoxalatlösung soll weder eine dunkle Farbe noch eine Trübung entstehen.

5. Prüfung auf Jodsäure und Jod.

Werden 5 ccm Salpetersäure mit 10 ccm Wasser verdünnt und mit einem Stückchen metallischem Zink versetzt, so darf eine zugesetzte kleine Menge von Chloroform nach dem Schütteln nicht violett gefärbt werden.

6. Quantitative Bestimmung.

5 g Salpetersäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.06304 g HNO_3.

2. Acidum nitricum puriss. 1.3.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.3, welche ca. 47 % HNO_3 enthält.

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie bei Acidum nitricum puriss. 1.2 beschrieben wurde, jedoch sollen anstatt 10 ccm Salpetersäure (1.2) 7.5 ccm Acidum nitricum puriss 1.3 verwendet werden.

3. Acidum nitricum puriss. 1.153.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.153, welche ca. 25 % HNO_3 enthält.

Die Prüfungen sind auszuführen, wie bei Acidum nitricum puriss. 1.2 beschrieben wurde, jedoch sollen für

10 ccm Salpetersäure (1.2) 13 ccm Acidum nitricum (1.153) verwendet werden.

4. Acidum nitricum fumans pur. 1.486—1.500.

Gelbe oder rotgelbe, klare Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.486—1.500.

100 Teile enthalten mindestens 86 Teile HNO_3.

Die Prüfungen sind auszuführen, wie bei Acidum nitricum puriss. (1.2) beschrieben wurde, jedoch sollen für 10 ccm Salpetersäure (1.2) 5 ccm Acidum nitricum fumans verwendet werden.

5. Acidum nitricum crudum. 1.38—1.40.

Klare, farblose oder gelblich gefärbte Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.380—1.400.

100 Teile enthalten mindestens 61 Teile HNO_3.

Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

5 ccm roher Salpetersäure sollen nach dem Eindampfen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

Acidum oxalicum puriss. cryst.
Oxalsäure.

$C_2 O_4 H_2 + 2 H_2O$. Molekulargewicht 126.05.

Farb- und geruchlose prismatische Kristalle, welche nicht verwittert aussehen dürfen. Die kristallisierte Oxalsäure löst sich in 10 Teilen kaltem, in etwa 3 Teilen siedendem Wasser, in 2.5 Teilen Alkohol und in etwa 100 Teilen Äther. Wenn man die wasserhaltige Oxalsäure im Kapillarrohr erhitzt, so zerfliesst sie bei 98° in ihrem Kristallwasser. Die wasserfreie Oxalsäure schmilzt bei 187°. Durch Erwärmen auf 70° wird die wasserhaltige Säure vollständig wasserfrei, die wasserfreie Oxalsäure sublimiert bereits bei 100°.

Das Präparat muss 99.8—100prozentig sein.

1. Prüfung auf Asche.

3 g kristallisierte Oxalsäure sollen nach dem Trocknen und Glühen im Platintiegel keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.

5 g Oxalsäure werden in 100 ccm Wasser gelöst und mit 1 ccm Salzsäure (1.124) und 1 ccm Baryumchloridlösung versetzt; innerhalb 12 Stunden soll keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

3. Prüfung auf Chlorid.

5 g Oxalsäure werden in 50 ccm Wasser gelöst, mit 15 ccm Salpetersäure (1.153) und einigen Tropfen Silbernitratlösung versetzt; die Lösung darf höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Die wässerige Lösung (1 : 10) sei vollkommen klar; 30 ccm derselben sollen durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden. Versetzt man diese Flüssigkeit sodann mit Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion, so darf weder Grün- oder Braunfärbung noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

5. Prüfung auf Ammoniumverbindungen.

a) Die Lösung von 5 g kristallisierter Oxalsäure in 30 ccm Natronlauge darf beim Kochen Ammoniak nicht entwickeln, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

b) Werden 2.5 g Oxalsäure und 5 g Kaliumhydroxyd in 30 ccm Wasser gelöst, und versetzt man die Lösung mit ca. 15 Tropfen Nesslers Reagenz, so darf höchstens eine schwach gelbe, keineswegs jedoch braunrote Färbung der Flüssigkeit eintreten.

6. Prüfung auf Salpetersäure.

Schichtet man 10 ccm der wässerigen Lösung (1 : 10) über 10 ccm einer Lösung von Diphenylamin in konzentrierter Schwefelsäure, so darf an der Berührungsfläche der beiden Flüssigkeiten kein blauer Ring entstehen.

7. Quantitative Bestimmung.

a) Auf azidimetrischem Wege: Man löst ca. 6.3 g kristallisierte Oxalsäure in 500 ccm Wasser; 25 ccm dieser Lösung werden bei Anwendung von Phenolphtaleïn als Indikator unter Kochen mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm $^1/_5$ Normal-Kalilauge = 0.012605 g kristallisierte Oxalsäure.

b) Auf oxydimetrischem Wege: 25 ccm der wässerigen Lösung (6.5 g kristallisierte Oxalsäure in 500 ccm H_2O) werden nach Zusatz von 6—8 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure und Erwärmen auf etwa 60° mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.0063025 g kristallisierte Oxalsäure.

Acidum oxalicum puriss. sublimatum.
Sublimierte Oxalsäure.

$C_2\,O_4\,H_2$. Molekulargewicht 90.01.

Weisses, kristallinisches Pulver, welches äusserst hygroskopisch ist. Schmelzpunkt 187°. Das Präparat soll mindestens 99.5 % wasserfreie Oxalsäure enthalten.

1. Prüfung auf Asche.

10 g Oxalsäure sollen nach dem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

Die übrigen Prüfungen und die quantitative Bestimmung sind auszuführen wie bei Acidum oxalicum cryst. beschrieben wurde.

1 ccm $^1/_5$ Normal-Kalilauge = 0.009001 g wasserfreie Oxalsäure.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.0045005 g wasserfreie Oxalsäure.

Anmerkung. Will man die sublimierte Oxalsäure als Urmass für alkalimetrische oder oxydimetrische Bestimmungen benützen, so hat man sie durch Erhitzen auf 60—70° bis zur Gewichtskonstanz (in kleinen Mengen) zu trocknen.

Acidum perchloricum puriss.
Überchlorsäure.

$HClO_4$. Molekulargewicht 100.45.

Farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.12, welche ungefähr 20 % Überchlorsäure enthält.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 g Überchlorsäure sollen nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.

   Werden 5 ccm Überchlorsäure mit 100 ccm Wasser verdünnt und mit 5 ccm Salzsäure (1.124) versetzt, so darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung und nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

3. Prüfung auf Salzsäure.

   5 ccm Überchlorsäure sollen, mit 25 ccm Wasser verdünnt und mit 3 ccm Salpetersäure (1.153) versetzt, durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

4. Prüfung auf Baryt.

   10 ccm Überchlorsäure, mit 50 ccm Wasser verdünnt, dürfen nach Zusatz von verdünnter Schwefelsäure innerhalb 5 Minuten nicht getrübt werden.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

10 ccm Überchlorsäure sollen, mit 40 ccm Wasser verdünnt, durch Schwefelwasserstoffwasser keine Veränderung erleiden; versetzt man diese Flüssigkeit mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammonium, so darf weder eine Fällung eintreten, noch darf die Flüssigkeit eine grüne oder braune Färbung annehmen.

Acidum phosphoricum.
Phosphorsäure.

$H_3 PO_4$. Molekulargewicht 98.02.

1. Acidum phosphoricum puriss. 1.7.

Klare, farb- und geruchlose, sirupöse Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.7. Das Präparat enthält ca. 85 % Orthophosphorsäure.

1. Prüfung auf flüchtige Säuren.

30 ccm Phosphorsäure (1.7) werden in einem Destillierkolben mit 50 ccm Wasser gemischt. Man destilliert*) 50 ccm ab und titriert das Destillat unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge. Bis zum Farbenumschlag nach Gelb darf höchstens 0.1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge verbraucht werden.

2. Prüfung auf Salpetersäure.

2 ccm Phosphorsäure mit 2 ccm konzentrierter Schwefelsäure gemischt, dürfen nach dem Überschichten mit 1 ccm Ferrosulfatlösung keine gefärbte Zone zeigen.

---

*) Um Überspritzen von Phosphorsäure zu verhindern, versehe man den Destillationskolben mit einem Kugelaufsatz. Das Destillat ist mit Ammoniummolybdatlösung auf Phosphorsäure zu prüfen.

3. Prüfung auf Halogenwasserstoffsäuren und phosphorige Säure.

2 ccm Phosphorsäure sollen, mit 18 ccm Wasser verdünnt, durch Silbernitratlösung weder in der Kälte noch beim Erwärmen verändert werden.

4. Prüfung auf Schwefelsäure.

20 ccm der mit dem 10fachen Volumen Wasser verdünnten Phosphorsäure sollen auf Zusatz von Baryumchloridlösung und nach 2—3stündigem Stehen eine Abscheidung von Baryumsulfat nicht zeigen.

5. Prüfung auf Metaphosphorsäure.

Wird die mit 10 Teilen Wasser verdünnte Säure in eine verdünnte Eiweisslösung eingetropft, so darf keine Trübung entstehen.

6. Prüfung auf Schwermetalle, Erden etc.

a) 20 ccm der mit dem 10fachen Volumen Wasser verdünnten Phosphorsäure sollen durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

b) Werden 20 ccm der mit dem 10fachen Volumen Wasser verdünnten Phosphorsäure mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt, so darf weder durch Ammoniumoxalatlösung noch durch Schwefelammonium Abscheidung eines Niederschlages hervorgerufen werden.

c) Eine Mischung von 5 ccm Phosphorsäure mit 20 ccm absolutem Alkohol soll vollständig klar bleiben.

7. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Verunreinigungen.

Werden 5 ccm Phosphorsäure mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure und mit 5 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung versetzt und 5 Minuten

lang auf 100° erhitzt, so darf die rote Farbe der Flüssigkeit nicht verschwinden.

8. Prüfung auf Arsen.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang, bringt alsdann eine Mischung von 3 ccm Phosphorsäure und 20 ccm Wasser in kleinen Mengen in den Marsh'schen Apparat und hält die langsame Gasentwicklung ca. 2 Stunden im Gange; nach dieser Zeit darf sich in der Reduktionsröhre ein Anflug von Arsen nicht zeigen.

9. Quantitative Bestimmung.

1 g Phosphorsäure wird mit 30 ccm Wasser verdünnt und unter Verwendung von Phenolphtaleïn*) als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen mindestens 17 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.04901 g H_3PO_4.

2. Acidum phosphoricum puriss. 1.12.

Klare, farb- und geruchlose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.12. Die Säure enthält ca. 20 % Orthophosphorsäure.

Die Prüfungen werden ausgeführt wie bei Acidum phosphoricum puriss. 1.7 beschrieben wurde. Für dieselben sind für 1 ccm Acidum phosphoricum (1.7), 4 ccm Phosphorsäure vom spezifischen Gewicht 1.12 zu verwenden.

*) Statt Phenolphtaleïn kann man auch Methylorange als Indikator verwenden. In diesem Falle entspricht jedoch 1 ccm Normal-Kalilauge 0.09802 g H_3PO_4.

Bei der Titration mit Phenolphtaleïn werden doppelt soviel Kubikzentimeter verbraucht als bei Anwendung von Methylorange.

Acidum phosphoricum glaciale. (Meta.) Metaphosphorsäure.

HPO_3. Molekulargewicht 80.0.

Farblose, durchsichtige, glasartige Stücke oder Stängelchen, welche an feuchter Luft zerfliessen und beim Erwärmen zu einer klaren, zähen Flüssigkeit schmelzen. Metaphosphorsäure ist in Wasser sehr leicht löslich.

1. Prüfung auf Salpetersäure.

   Die Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 2 ccm Wasser soll mit 2 ccm konzentrierter Schwefelsäure gemischt, nach dem Überschichten mit 1 ccm Ferrosulfatlösung keine gefärbte Zone zeigen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.

   Die Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salzsäure und Baryumchloridlösung nicht sofort getrübt werden.

3. Prüfung auf Halogenwasserstoffsäuren.

   Die Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.153) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Schwermetalle, Erden etc.

   a) Die wässerige Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 20 ccm Wasser soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

   b) Wird die Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 20 ccm Wasser mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt, so darf weder durch Ammoniumoxalatlösung noch durch Schwefelammonium Abscheidung eines Niederschlages erfolgen.

5. Prüfung auf Arsen.

Die Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 1 ccm Wasser soll nach Zusatz von 5 ccm Zinnchlorürlösung im Laufe einer Stunde eine dunklere Farbe nicht annehmen.

6. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Verunreinigungen.

Die Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 10 ccm Wasser wird mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.11) und mit 0.1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung versetzt und 5 Minuten lang auf 100° erhitzt; die rote Farbe der Flüssigkeit darf nicht verschwinden.

Acidum phosphoricum anhydricum albiss.
Phosphorsäure-Anhydrid.

$P_2 O_5$. Molekulargewicht 142.00.

Weisse, amorphe, geruchlose Flocken, welche sich in Wasser unter zischendem Geräusch zu Metaphosphorsäure lösen. Im Reagenzglas erhitzt, soll Phosphorsäure-Anhydrid vollständig sublimieren.

Prüfung auf arsenige Säure.

Man bringt 1 g Phosphorsäure - Anhydrid in kleinen Portionen in 20 ccm Wasser und leitet in die Lösung unter Erwärmen Schwefelwasserstoff ein; es soll weder eine Gelbfärbung noch Abscheidung eines gelbgefärbten Niederschlages eintreten.

Acidum phospho-molybdaenicum cryst.
Phosphor-Molybdänsäure.

$12 MoO_3 . H_3PO_4 + xH_2O$.

Gelbe, glänzende Kristalle, welche sich in Wasser leicht und vollständig zu einer sauer reagierenden Flüssigkeit lösen.

Prüfung auf Löslichkeit, Schwermetalle und Erden.

1 g Phosphor-Molybdänsäure soll sich in 10 ccm Wasser vollständig lösen. Diese Lösung scheidet nach Zusatz von 2 oder 3 Tropfen Ammoniaklösung einen gelben Niederschlag ab, welcher nach dem Zufügen von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) vollständig gelöst wird. Versetzt man diese Flüssigkeit mit Schwefelammonium und Ammoniumoxalatlösung, so darf keine Veränderung eintreten.

Acidum phospho-wolframicum cryst., absolut frei von NH_3 und N_2O_5.
Phosphorwolframsäure.

$(P_2O_5 . 20 WO_3 . 11 H_2O) + 16 H_2O$.
Molekulargewicht 5268.43.

Kleine weisse oder schwach gelblichgrün gefärbte Kristalle, die sich leicht in Wasser lösen.

1. Prüfung auf Nitrat.

Man versetzt die Lösung von 1 g Phosphorwolframsäure in 10 ccm Wasser mit 1 Körnchen Natriumchlorid, 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) und hierauf mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure. Die blaue Farbe dieser Mischung darf innerhalb 10 Minuten nicht verschwinden.

2. Prüfung auf Ammoniumsalze.

Wird die Lösung von 1 g Phosphorwolframsäure in 10 ccm Wasser mit 5 ccm Natronlauge (1,3) erwärmt, so darf Ammoniak nicht entweichen, welches mit Hilfe von feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

Anmerkung: Über eine Methode zur quantitativen Analyse von Phosphorwolframsäure siehe Berichte der deutsch. chemischen Gesellschaft Berlin 1887, Band I, Seite 1813.

Acidum picronitricum puriss. cryst.
Pikrinsäure.

$C_6 H_2 (OH) (NO_2)_3$. Molekulargewicht 229.14.

Blassgelbe, glänzende Kristalle, die bei 122.5° schmelzen und sich in etwa 90 Teilen kaltem Wasser oder ca. 30 Teilen siedendem Wasser lösen. Pikrinsäure ist leicht löslich in Alkohol, Äther und Benzol.

1. Prüfung auf wasserunlösliche Verunreinigungen und Harze.

1 g Pikrinsäure soll sich in 100 ccm Wasser vollständig und klar lösen; versetzt man die Lösung mit 1 oder 2 Tropfen verdünnter Schwefelsäure, so darf nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung erfolgt sein. Beim Filtrieren der Flüssigkeit soll auf dem Filter Harz nicht zurückbleiben.

2. Prüfung auf in Benzol unlösliche Verunreinigungen (Pikrate von Kalium, Natrium und Ammonium).*)

1 g Pikrinsäure muss sich in 20 ccm Benzol vollständig und klar lösen.

*) Eine Prüfung der Pikrinsäure auf Ammoniak durch Erwärmen mit Natronlauge ist nicht ausführbar, da die Pikrinsäure unter diesen Umständen eine Zersetzung unter Ammoniakentwicklung erleidet.

3. Prüfung auf Oxalsäure.

Die Lösung von 1 g Pikrinsäure in 100 ccm Wasser soll mit Kalziumchloridlösung nach 2stündigem Stehen keine Abscheidung von Kalziumoxalat geben.

4. Prüfung auf freie und kombinierte Schwefelsäure.

Man versetzt 2 g Pikrinsäure mit 10 ccm Salpetersäure (1.4) und dampft auf dem Wasserbade zur Trockene ein. Den Rückstand löst man in 100 ccm siedendem Wasser, unter Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.153), lässt erkalten, filtriert und versetzt das Filtrat mit Baryumnitratlösung; eine Trübung darf nicht sofort eintreten.

5. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen (Asche).

1 g Pikrinsäure, in einer offenen Platinschale vorsichtig verbrannt, darf nicht mehr als 0.001 g Glührückstand hinterlassen.

Acidum pyrogallicum bisublimatum.
Pyrogallussäure. Pyrogallol.

$C_6 H_3 (OH)_3$. Molekulargewicht 126.04.

Weisse, glänzende Nadeln oder Blättchen, welche bei 131° schmelzen. Pyrogallol löst sich in 1.7 Teilen Wasser, in 1 Teil Alkohol und 1.2 Teilen Äther, schwer in Benzol, Chloroform und Schwefelkohlenstoff. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier schwach sauer.

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

1 g Pyrogallol muss sich beim Erhitzen ohne Hinterlassung eines wägbaren Rückstandes verflüchtigen.

2. Prüfung auf Gallussäure.

2 g Pyrogallol müssen sich in 5 ccm Äther (0.72) vollkommen klar auflösen.

Acidum rosolicum.
Rosolsäure. Korallin.

Spröde, amorphe, rotbraune, metallischglänzende Stücke, welche in Wasser unlöslich, in Alkohol leicht löslich sind.

Als Indikator verwendet man eine Lösung von 0.5 g Rosolsäure in 50 ccm Alkohol (85 %) und 50 ccm Wasser.

Prüfung auf Empfindlichkeit.

Man versetzt 100 ccm destilliertes Wasser mit 2 oder 3 Tropfen der Rosolsäurelösung. Auf Zusatz von 0.05 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Kalilauge soll die schwach gelbe Farbe des Wassers in Rosarot umschlagen, und durch weiteres Zufügen von 0.05 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Salzsäure soll die ursprüngliche Farbe wiederkehren.

Acidum succinicum pur. albiss.
Bernsteinsäure.

$C_4 H_6 O_4$. Molekulargewicht 118.04.

Farblose, monokline Prismen, welche sich in 20 Teilen kaltem oder ca. 2 Teilen siedendem Wasser, ferner in 10 Teilen Alkohol und in 80 Teilen Äther lösen.

Bernsteinsäure schmilzt bei 182° und kommt bei 235° unter Entwicklung stechend riechender, weisser Dämpfe zum Sieden, wobei sie zum grössten Teil in Wasser und Bernsteinsäureanhydrid zerfällt.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.
   1 g Bernsteinsäure soll, in einem Platinschälchen erhitzt, sich verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen. Bildung von Kohle soll dabei nicht beobachtet werden.

2. Prüfung auf Oxalsäure.
   Die Lösung von 1 g Bernsteinsäure in 20 ccm Wasser soll durch Kalziumchloridlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Weinsäure und Sulfat.
   Die wässerige Lösung von 1 g Bernsteinsäure in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von Kaliumazetat- oder Baryumnitratlösung nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung zeigen.

4. Prüfung auf Chlorid.
   Werden 20 ccm der wässerigen Lösung (5:100) mit 2 oder 3 ccm Salpetersäure (1.153) versetzt, so darf nach Zusatz von Silbernitratlösung höchstens eine schwach opalisierende Trübung eintreten.

5. Prüfung auf Ammoniumsalze.
   1 g Bernsteinsäure soll beim Erwärmen mit 10 ccm Natronlauge (1.3) Ammoniak nicht entwickeln, welches durch feuchtes Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

6. Prüfung auf Schwermetalle.
   1 g Bernsteinsäure in 20 ccm Wasser gelöst, soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

7. Quantitative Bestimmung.
   Man löst 1 g Bernsteinsäure in 50 ccm Wasser und titriert unter Anwendung von Phenolphtaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge.
   1 ccm Normal-Kalilauge = 0.05902 g Bernsteinsäure.

Acidum sulfanilicum cryst. alb.
Sulfanilsäure.

$C_6H_4 \overset{I}{(NH_2)} \overset{IV}{(SO_3H)} + 2 H_2O$. Molekulargewicht 209.18.

Farblose, nadelförmige Kristalle, welche an der Luft verwittern. Die Sulfanilsäure zeigt keinen Schmelzpunkt, sondern verkohlt beim Erhitzen auf 280—300°.

Sulfanilsäure löst sich schwer in kaltem Wasser (etwa in 150 Teilen), leichter in heissem Wasser; in Alkohol, Äther und Benzol ist sie unlöslich.

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.
   1 g Sulfanilsäure soll nach dem Glühen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure (Anilinsulfat).
   Eine Lösung von 1 g Sulfanilsäure in 25 ccm siedendem Wasser darf durch einige Tropfen Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Salzsäure (Anilinchlorid).
   Schüttelt man 1 g Sulfanilsäure mit 20 ccm Wasser und filtriert, so darf das Filtrat nach Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

Acidum sulfuricum anhydricum.
Schwefelsäureanhydrid.

SO_3. Molekulargewicht 80.06.

Lange, durchsichtige, farblose Prismen, die bei 15° zu einer klaren, öligen, bei 46° siedenden Flüssigkeit schmelzen. Bei längerer Aufbewahrung bei einer Temperatur unterhalb 25° polymerisiert das Schwefelsäureanhydrid zu einer Modifikation, welche lange, seidenglänzende, verfilzte Nadeln bildet, die erst über 50°

schmelzen; höher erhitzt, geht die polymere Verbindung wieder in dampfförmiges Trioxyd über, welches sich zu der bei 46° siedenden, bei 15° erstarrenden Form verdichten lässt.

Anmerkung. Über die Gehaltsbestimmung des Schwefelsäureanhydrids siehe die Angabe bei Acidum sulfuricum fumans, ferner Zeitschrift für analytische Chemie 1898, Seite 209. — Rosenlecher: „Zur Gehaltsbestimmung der rauchenden Schwefelsäure und des Schwefelsäureanhydrids.“

Acidum sulfuricum.
Schwefelsäure.

H_2SO_4. Molekulargewicht 98.07.

1. Acidum sulfuricum puriss. 1.84.

Klare, farblose, ölige Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.84. Die Säure enthält 95—96 % H_2SO_4.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

10 ccm Schwefelsäure sollen nach dem Verdampfen und Glühen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

2. Prüfung auf Salpetersäure.

Man verdünnt 1 ccm Schwefelsäure mit 9 ccm Wasser und schichtet diese Flüssigkeit auf 5 ccm Diphenylaminlösung (siehe Diphenylaminum). An der Berührungsfläche der beiden Schichten darf eine blaue Zone nicht eintreten.

3. Prüfung auf Selen.

Beim Überschichten von 2 ccm Schwefelsäure mit 2 ccm Salzsäure (1.124), welche ein Körnchen Natriumsulfit gelöst enthält, soll weder eine rötliche Zone, noch beim Erwärmen eine rotgefärbte Ausscheidung entstehen.

4. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Verunreinigungen (salpetrige Säure, schweflige Säure).

15 ccm Schwefelsäure werden mit 60 ccm Wasser verdünnt und durch 1 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung rosa gefärbt. Diese Färbung soll innerhalb 3 Minuten nicht verschwinden.

5. Prüfung auf Halogenwasserstoffsäuren.

2 ccm Schwefelsäure werden mit 30 ccm Wasser verdünnt, diese Flüssigkeit soll durch einige Tropfen Silbernitratlösung nicht verändert werden.

6. Prüfung auf Blei.

10 ccm Schwefelsäure sollen nach dem vorsichtigen Verdünnen mit 50 ccm Alkohol (85 %) nicht getrübt werden, nach 2stündigem Stehen soll eine Abscheidung von Bleisulfat nicht erfolgt sein.

7. Prüfung auf Schwermetalle und Kalk.

a) 10 ccm Schwefelsäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Ammoniaklösung in Überschuss versetzt. Auf Zusatz von einigen Tropfen Schwefelammonium und Ammoniumoxalatlösung darf weder eine grüne Färbung noch eine Trübung eintreten.

b) 20 ccm Schwefelsäure werden mit 100 ccm Wasser verdünnt, diese Flüssigkeit darf nach dem Einleiten von Schwefelwasserstoff keine braune Färbung zeigen, ferner sollen sich nach dem Einleiten des Schwefelwasserstoffs bei längerem Stehen keine braunen Flocken abscheiden. (Zinn.)

8. Prüfung auf Ammoniumsalze.

2 ccm Schwefelsäure werden mit 30 ccm Wasser verdünnt, mit einer Lösung von Kalium hydricum puriss. in Wasser (1 : 6) bis zur alkalischen Reaktion und mit 10—15 Tropfen Nesslers Reagenz versetzt, es darf höchstens schwach gelbe, keineswegs jedoch braunrote Färbung oder Fällung eintreten.

9. Prüfung auf Arsen.*)

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und arsenfreier, verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang. Sobald die Luft aus dem Apparat verdrängt ist, erhitzt man die Reduktionsröhre zum Glühen und läßt sodann eine erkaltete Mischung von 10 ccm der zu prüfenden Schwefelsäure (1.84) und 50 ccm Wasser zufließen. Nach einer halben Stunde soll sich ein Anflug von Arsen in der Reduktionsröhre nicht zeigen.

10. Quantitative Bestimmung.

Den Gehalt an $H_2 SO_4$ findet man am einfachsten, indem man das spezifische Gewicht ermittelt und sodann mit Hilfe der Tabelle von Lunge, Isler und Naef (Chemisch-technische Untersuchungsmethoden von Lunge 1904, 5. Auflage, Band I, Seite 354) den Prozentgehalt aufsucht.

Auf chemischem Wege bestimmt man den Gehalt durch Titration mit Normal-Kalilauge unter Anwendung von Methylorange als Indikator.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.049035 g $H_2 SO_4$.

2. Acidum sulfuricum dilutum.

Farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.110—1.114, welche 15.7—16.3 % $H_2 SO_4$ enthält.

Acidum sulfuricum puriss. cum Acido phosphorico anhydrico

ca. 9.8 % $P_2 O_5$
15 % „
20 % „

*) Über den Nachweis von Arsen in der Schwefelsäure siehe Lunge, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 5. Auflage 1904, Band I, Seite 367.

Schwefelsäure mit Phosphorsäureanhydrid für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.

1. Prüfung auf Salpetersäure.

Man verdünnt 1 ccm der Lösung von Phosphorsäureanhydrid in Schwefelsäure mit 9 ccm Wasser und schichtet diese Flüssigkeit auf 5 ccm Diphenylaminlösung (siehe Diphenylaminum). An der Berührungsfläche der beiden Schichten darf eine blaue Zone nicht entstehen.

2. Prüfung auf Ammoniumsalze.

2 ccm der Lösung von Phosphorsäureanhydrid in Schwefelsäure werden mit 30 ccm Wasser verdünnt, mit einer Lösung von Kalium hydricum puriss. in Wasser (1:6) bis zur alkalischen Reaktion und mit 10—15 Tropfen Nesslers Reagenz versetzt; es darf höchstens eine schwach gelbe, keineswegs jedoch braunrote Färbung oder Fällung eintreten.

Acidum sulfuricum fumans.
Rauchende Schwefelsäure.

$xH_2SO_4 + ySO_3$.

1. Acidum sulfuricum puriss. fumans.

Farblose, ölige Flüssigkeit, welche an der Luft raucht. Das Präparat enthält 8—10 % freies Schwefelsäure-Anhydrid (d. i. 83.1—83.5 % Gesamt-SO_3).

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

3 ccm rauchende Schwefelsäure sollen nach dem Verdampfen und Glühen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

2. Prüfung auf Salpetersäure.

Man verdünnt 1 ccm rauchende Schwefelsäure mit 9 ccm Wasser und schichtet diese Flüssigkeit auf



5 ccm Diphenylaminlösung (siehe Diphenylaminum). An der Berührungsfläche der beiden Schichten darf eine blaue Zone nicht entstehen.

3. Prüfung auf Ammoniumsalze.

Man lässt 2 ccm rauchende Schwefelsäure in 30 ccm Wasser vorsichtig eintropfen und versetzt die Flüssigkeit mit einer Lösung von Kalium hydricum puriss. in Wasser (1 : 6) bis zur alkalischen Reaktion, nach Zusatz von 10—15 Tropfen Nesslers Reagenz darf höchstens schwach gelbe, keineswegs jedoch braunrote Färbung und Fällung eintreten.

4. Prüfung auf Halogene.

Man lässt 1 ccm rauchende Schwefelsäure in 30 ccm Wasser eintropfen; diese Flüssigkeit darf durch einige Tropfen Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

5. Prüfung auf Blei.

Lässt man 10 ccm rauchende Schwefelsäure in 50 ccm Alkohol (85 %) vorsichtig eintropfen, so soll eine klare Flüssigkeit erhalten werden, welche nach 2stündigem Stehen keine Abscheidung von Bleisulfat zeigen darf.

6. Prüfung auf Arsen.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granulierten Zink und arsenfreier, verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in Gang. Sobald die Luft aus dem Apparat verdrängt ist, erhitzt man die Reduktionsröhre zum Glühen und läßt sodann eine erkaltete Mischung von 10 ccm der zu prüfenden rauchenden Schwefelsäure und 90 ccm Wasser zufliessen. Nach einer halben Stunde soll sich ein Anflug von Arsen in der Reduktionsröhre nicht zeigen.

7. Quantitative Bestimmung.*)

Man wägt etwa 1 g rauchende Schwefelsäure mit Hilfe einer Kugelhahnpipette von Lunge & Rey**) auf der analytischen Wage genau ab und lässt die Säure in ein Porzellanschälchen, welches ca. 10 ccm Wasser enthält, vorsichtig einfliessen. Man spült sodann den Inhalt des Schälchens in ein Messkölbchen von 100 ccm Inhalt und füllt mit Wasser bis zur Marke auf. Nach tüchtigem Umschütteln werden 25 ccm unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert.***)

1 ccm $^1/_5$ Normal-Kalilauge = 0.008006 g SO_3.

2. Acidum sulfuricum fumans für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.†)

Öldicke, bisweilen schwach gefärbte und oft nicht vollständig klare, an der Luft rauchende Flüssigkeit, welche 8—10 % freies Schwefelsäureanhydrid enthält.

1. Prüfung auf Stickstoff.

30 ccm rauchende Schwefelsäure werden in einem Destillierkolben mit 200 ccm Wasser verdünnt und

---

*) Bei genauen Bestimmungen muss man von der durch Titration ermittelten Azidität dasjenige abziehen, was auf Rechnung von schwefeliger Säure kommt. Siehe diesbezüglich Lunge, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 5. Auflage, Band I, Seite 395.

**) Siehe Lunge, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 5. Auflage, I. Band, Seite 394.

***) Um aus dem analytisch gefundenen Gehalt an gesamtem SO_3 den Gehalt an freiem SO_3 zu finden, siehe die Tabelle in Lunge, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 5. Auflage, I. Band, Seite 399.

†) Diese Säure, welche Spuren von Salpetersäure enthält, ist wesentlich niedriger im Preise wie die vorhergehende, vollkommen stickstoffreie Säure. Sie dürfte sich für solche Laboratorien sehr eignen, deren Bedarf an rauchender Schwefelsäure für Stickstoffbestimmungen nach Kjeldahl ein erheblicher ist. Für genaue Stickstoffbestimmungen ist es aber nötig, den Gehalt an Stickstoff durch einen blinden Versuch in der oben beschriebenen Weise festzustellen.

nach dem Erkalten mit stickstoffreier Natronlauge (1.3) bis zur stark alkalischen Reaktion versetzt. Nach Zusatz von 3 g Zinkstaub destilliert man ca. 50 ccm ab und fängt das Destillat in einer Vorlage (U-Röhre) auf, die ungefähr 10 ccm Wasser und 2—3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure enthält. Man titriert das Destillat unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge. Der Verbrauch an Kalilauge darf höchstens um 0.20 ccm geringer sein als die Menge der vorgelegten Säure.

2. Quantitative Bestimmung.

Dieselbe wird ausgeführt wie bei Acidum sulfuricum puriss. fumans beschrieben wurde.

Acidum sulfuricum fumans cum Acido phosphorico anhydrico.

5 % P_2O_5
10 % „
15 % „
20 % „
25 % „

Rauchende Schwefelsäure mit Phosphorsäureanhydrid für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.

Die Prüfung auf Stickstoff wird ausgeführt wie bei Acidum sulfuricum fumans für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl beschrieben wurde. Siehe die Anmerkung daselbst.

Acidum sulfurosum puriss.
Schweflige Säure.

SO_2. Molekulargewicht 64.06.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.0297—1.035, welche blaues Lackmuspapier zuerst rötet und sodann bleicht.

Die Flüssigkeit enthält ca. 6 % SO_2.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 ccm schweflige Säure sollen nach dem Verdampfen und Glühen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

2. Quantitative Bestimmung.

   Man wägt 10 g schweflige Säure in ein Messkölbchen von 100 ccm Inhalt und füllt mit ausgekochtem Wasser bis zur Marke auf. Von dieser Flüssigkeit lässt man aus einer Bürette unter beständigem Umschütteln in 30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung einfliessen, bis Entfärbung eintritt. Dazu sollen nicht mehr als 16.2 ccm der Säurelösung erforderlich sein.

   1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.003203 g SO_2.

Würfel zur Entwicklung von schwefliger Säure.

Würfelähnliche Stücke, die mindestens 20 % schweflige Säure enthalten.

Quantitative Bestimmung.

Man bringt 1 g der fein gepulverten Würfel und 5 g wasserfreies Natriumkarbonat in ein Messkölbchen von 100 ccm Inhalt, fügt 50 ccm Wasser hinzu und kocht die Mischung etwa 10 Minuten lang. Nach dem Erkalten füllt man bis zur Marke auf, filtriert und lässt das Filtrat aus einer Bürette unter beständigem Umschütteln einfliessen in eine Mischung von 30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung und

10 ccm Salzsäure (1.124), bis vollständige Entfärbung eintritt.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.003203 g schweflige Säure.

Acidum tannicum puriss.
Gerbsäure. Tannin.

$C_{14}H_{10}O_{9}$. Molekulargewicht 322.08.

Gelbliches Pulver oder kristallähnliche glänzende Schüppchen. Gerbsäure löst sich in 5 Teilen Wasser, sowie in 2 Teilen Alkohol (85 %) zu einer klaren Flüssigkeit, welche gegen Lackmuspapier sauer reagiert. Tannin ist löslich in etwa 8 Teilen Glyzerin, fast unlöslich in Äther.

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

   1 g Tannin soll nach dem Verbrennen nur einen sehr geringen Rückstand hinterlassen; derselbe darf höchstens 0.002 g betragen.

2. Prüfung auf Zucker, Dextrin.

   Mischt man 10 ccm einer wässerigen Tanninlösung (1 : 5) mit 10 ccm Alkohol (85 %), so muss dieselbe innerhalb 1 Stunde klar bleiben; nach weiterem Zusatz von 5 ccm Äther darf keine Trübung eintreten.

3. Prüfung auf den Wassergehalt.

   100 Teile Tannin sollen beim Trocknen bei 100° nicht mehr als 12 Teile an Gewicht verlieren.

Anmerkung. Über die quantitative Bestimmung der Gerbsäure siehe Fresenius, Anleitung zur quantitativen Analyse, Band II, Seite 619, oder Lunge, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 1900, Band III, Seite 560 u. ff.

Acidum tartaricum puriss. cryst.
Weinsäure.

$C_4 H_6 O_6$. Molekulargewicht 150.04.

Farblose, prismatische Kristalle oder Kristallkrusten, in 0.8 Teilen Wasser und in 2.5 Teilen Alkohol (85 %) löslich.

1. Prüfung auf Schwefelsäure, Oxalsäure und Kalk.

   Je 20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 10) sollen weder durch Baryumchlorid- noch durch Ammoniumoxalatlösung, noch mit Ammoniaklösung bis zur schwach sauren Reaktion versetzt, durch Kalziumsulfatlösung verändert werden.

2. Prüfung auf Blei und andere Metalle.

   a) Die Lösung von 5 g Weinsäure in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 12 ccm Ammoniaklösung (0.96) durch Schwefelwasserstoffwasser nicht braun gefärbt werden.

   b) 20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 10) sollen durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

3. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

   1 g Weinsäure soll nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

4. Quantitative Bestimmung.

   1 g Weinsäure wird in 50 ccm Wasser gelöst und unter Anwendung von Phenolphtaleïn mit Normal-Natronlauge titriert.

   1 ccm Normal-Natronlauge = 0.07502 g Weinsäure.

Acidum thioaceticum.
Thioessigsäure. Thiazetsäure.

CH_3 CO SH. Molekulargewicht 76.09.

Gelbe, stechend riechende Flüssigkeit, welche zwischen 92 und 97° siedet; spezifisches Gewicht 1.070. Thiazetsäure ist in 16 Teilen Wasser und leicht in Alkohol löslich. Die 6prozentige, wässerige Lösung dient als Ersatz für Schwefelwasserstoff in der Analyse.*)

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.
   10 ccm Thiazetsäure dürfen nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.
   Werden 5 ccm Thiazetsäure in 100 ccm Wasser gelöst und mit Baryumchloridlösung versetzt, so darf keine Trübung oder Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

Aether sulfuricus.
Äthyläther.

$C_2 H_5 . O . C_2 H_5$. Molekulargewicht 74.08.

1. Aether sulfuricus puriss.

Klare, farblose, leicht bewegliche Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 0.720**). Siedepunkt: 34–36°. Äther soll mit Wasser befeuchtetes, blaues Lackmuspapier nicht röten. Filtrierpapier, mit Äther getränkt, soll nach dem Verdunsten des letzteren nicht mehr riechen.

*) Über die Verwendung der Thiazetsäure siehe Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft 1894, Seite 3437, 1895, Seite 1204, oder Zeitschrift für analytische Chemie 1895, Seite 456.

**) Es ist zu beachten, dass Äther besonders beim Umgiessen aus der Luft Wasser anzieht und infolgedessen ein höheres spezifisches Gewicht annimmt.

1. **Prüfung auf Rückstand.**

Lässt man 20 ccm Äther in einer Glasschale bei gewöhnlicher Temperatur verdunsten, so darf der verbleibende Beschlag keinen Geruch haben, darf blaues Lackmuspapier weder röten noch entfärben und muss beim Erwärmen auf dem Wasserbade völlig flüchtig sein.

2. **Prüfung auf Äthylperoxyd, Wasserstoffsuperoxyd, Ozon.**

Schüttelt man 10 ccm Äther mit 1 ccm wässeriger Kaliumjodidlösung (1 : 10) in einem vollen, geschlossenen Glasstöpselglase kräftig durch, so soll bei Lichtabschluss innerhalb 1 Stunde weder der Äther noch die Kaliumjodidlösung eine Färbung angenommen haben.

3. **Prüfung auf Aldehyd.**

Kaliumhydroxyd, in erbsengrosse Stücke zerstossen, soll sich, mit Äther übergossen, unter Lichtabschluss innerhalb einer halben Stunde nicht gelblich färben.

4. **Prüfung auf Schwefelverbindungen.**

Schüttelt man 20 ccm Äther mit 1 Tropfen Quecksilber 2 Minuten lang in einem Glasstöpselglase, so darf sich die blanke Oberfläche des Metalls nicht verändern; auch darf sich keine schwarze Abscheidung bilden.

5. **Prüfung auf Wasser.**

Schüttelt man 20 ccm Äther in einer verschlossenen Flasche mit 1 g entwässertem Kupfersulfat, so soll sich letzteres nicht grün oder blau färben.

2. Aether sulfuricus puriss.,
wasserfrei über Natrium destilliert.

Ausser den oben angegebenen Proben muss dieses Präparat noch folgende Prüfung aushalten:

Versetzt man 15 ccm Äther in einem trockenen Glasstöpselglase mit einem erbsengrossen Stück frisch geschnittenem Natrium, so soll nur eine geringe Gasentwicklung eintreten, und die metallischen Schnittflächen des Natriums dürfen innerhalb 6 Stunden ihren Glanz nicht völlig verlieren.

Alcohol absolutus.
Absoluter Äthylalkohol.

$C_2H_5 . OH$. Molekulargewicht 46.04.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 0.796—0.800 (99—99.6 Gewichtsprozente), die bei 78.5° siedet.

Alkohol darf Lackmuspapier nicht verändern.

1. Prüfung auf Rückstand.

50 ccm Alkohol sollen beim langsamen Verdunsten keinen Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Fuselöl.*)

Mischt man 10 ccm Alkohol und 30 ccm Wasser in einem Erlenmeyer-Kölbchen, so soll keine Trübung oder Färbung und kein fremdartiger Geruch bemerkbar sein.

Eine bis auf 1 ccm verdunstete Mischung von 10 ccm Alkohol und 0.2 ccm Kalilauge (15 %) soll nach dem Übersättigen mit verdünnter Schwefelsäure nicht nach Fuselöl riechen.

---

*) Über quantitative Bestimmungen von Fuselöl siehe Lunge, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 1900, III. Band, 422, 442, ferner Zeitschrift für Spiritus-Industrie 1886, 362; Zeitschrift für angewandte Chemie 1890, 522; 1895, 657; Chemisches Zentralblatt 1884, 854; Chemiker-Zeitung 1889, Rep. 27.

Verreibt man einige Tropfen Alkohol zwischen den Händen, so soll sich kein unangenehmer Geruch bemerkbar machen.

3. Prüfung auf Melasse-Spiritus.
Überschichtet man 5 ccm konzentrierte Schwefelsäure mit 5 ccm Alkohol, so darf an der Berührungsstelle der beiden Flüssigkeiten innerhalb einer Stunde keine rosarote Zone entstehen.

4. Prüfung auf Aldehyd.
Erwärmt man 10 ccm Alkohol mit 5 Tropfen Silbernitratlösung und 1 ccm Wasser 10 Minuten lang auf dem Wasserbade (70—80 °), so soll weder eine Trübung noch eine Färbung entstehen.

5. Prüfung auf organische Verunreinigungen.*)
Die rote Färbung einer Mischung von 10 ccm Alkohol und 1 Tropfen Kaliumpermanganatlösung (1 : 1000) darf innerhalb 20 Minuten nicht in Gelb übergehen.

6. Prüfung auf Metalle und Gerbstoff.
Versetzt man 10 ccm Alkohol mit 1 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder mit 5 ccm Schwefelwasserstoffwasser, so darf keine Färbung eintreten.

Alkohol (Feinsprit).

Feinsprit vom spezifischen Gewicht 0.830—0.834 enthält 87.2—85.6 Gewichtsprozente Alkohol. Im übrigen entspreche er den bei Alcohol absolutus gegebenen Anforderungen.

---

*) Eine teilweise Entfärbung des Kaliumpermanganats tritt auch beim reinsten Alkohol ein. Vergleiche auch Pharmazeutische Zeitung 1889, 481; Chemiker-Zeitung 1889, 198 (Cazeneuve), 1893, Nr. 84 (Lang).

Alcohol amylicus.
Amylalkohol.

$C_5H_{11} . OH$. Molekulargewicht 88.07.

1. Alcohol amylicus puriss.

Klare, farblose Flüssigkeit, die gegen Lackmuspapier keine Reaktion zeigt. Amylalkohol ist in Wasser wenig löslich, mit Alkohol, Äther und Benzin aber klar mischbar. Spezifisches Gewicht 0.814. Siedepunkt 131 °.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 g Amylalkohol, auf dem Wasserbade verdampft, sollen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf organische Verunreinigungen (Furfurol etc.)

   a) Werden 5 ccm Amylalkohol mit 5 ccm konzentrierter Schwefelsäure geschüttelt, so darf sich die Mischung nur schwach gelblich oder rötlich färben.

   b) Schüttelt man 5 ccm Amylalkohol mit 5 ccm Kalilauge, so darf sich der Amylalkohol nicht färben.

2. Alcohol amylicus pur. für Fettbestimmungen nach Gerber.

Wasserhelle Flüssigkeit vom Siedepunkt 128—130 °. Spezifisches Gewicht ca. 0.815.

1 ccm Amylalkohol im Butyrometer (Gerber) mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure und 11 ccm Wasser geschüttelt, hierauf 2—3 Minuten geschleudert und 24 Stunden stehen gelassen, darf keine ölige Ausscheidung geben.

Alcohol methylicus puriss.
Methylalkohol.

CH_3 OH. Molekulargewicht 32.03.

Farblose, leicht bewegliche Flüssigkeit, mit Wasser, Alkohol, Äther, fetten und ätherischen Ölen in jedem Verhältnis mischbar. Methylalkohol hat das spezifische Gewicht 0.796 und siedet zwischen 65 und 66°. Blaues Lackmuspapier darf durch Methylalkohol nicht gerötet werden.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   30 ccm Methylalkohol sollen, auf dem Wasserbade verdampft, keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Azeton und Äthylalkohol.

   Man bringt in einen Mischzylinder 50 ccm Doppelnormalnatronlauge, hierzu 5 ccm Methylalkohol und schüttelt tüchtig um. Hierauf fügt man unter erneutem Schütteln 25 ccm Doppelnormaljodlösung zu, wobei keine Trübung oder flockige Ausscheidung erfolgen darf. Ferner soll Geruch nach Jodoform nicht wahrnehmbar sein.

3. Prüfung auf empyreumatische Stoffe.

   1 ccm Methylalkohol soll sich in 10 ccm Wasser ohne Trübung lösen. Lässt man 5 ccm konzentrierte Schwefelsäure unter Abkühlung in 5 ccm Methylalkohol eintropfen, so darf sich die Mischung nur schwach gelblich färben.

4. Prüfung auf Aldehyde.

   Werden 10 ccm Methylalkohol mit 10 ccm Natronlauge (1.3) geschüttelt, so muss die Mischung farblos bleiben.

5. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Substanzen.

Versetzt man 10 ccm Methylalkohol mit einem Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung, so darf die rote Farbe der Flüssigkeit innerhalb 10 Minuten nicht verschwinden.

Anmerkung. Über die quantitative Bestimmung des Methylalkohols sowie über die quantitative Bestimmung des Azetons im Methylalkohol siehe Lunge, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 4. Auflage, III. Band, S. 693.

Alcohol sulfuris pur.
Schwefelkohlenstoff.

CS_2. Molekulargewicht 76.12.

Klare, farblose, neutrale Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.270—1.272. Siedepunkt 46—47 ^{0}.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

Verdunstet man 50 ccm Schwefelkohlenstoff auf dem Wasserbade, so darf ein wägbarer Rückstand nicht bleiben.*)

2. Prüfung auf Schwefelwasserstoff, bezw. fremde organische Schwefelverbindungen.

Schüttelt man 10 ccm Schwefelkohlenstoff mit Bleikarbonat, so darf letzteres nicht gebräunt werden.

Werden 2 ccm Schwefelkohlenstoff in einem trockenen Glase mit einem Tröpfchen blankem, metallischem Quecksilber geschüttelt, so darf das letztere sich nicht mit einer dunklen, pulverigen Haut überziehen.

---

*) Unter dem Einfluss des Lichtes wird der Schwefelkohlenstoff gelblich und hinterlässt dann beim Verflüchtigen einen geringen Rückstand.

3. Prüfung auf Schwefelsäure und schweflige Säure.

Schüttelt man 10 ccm Schwefelkohlenstoff mit 5 ccm Wasser, so darf letzteres blaues Lackmuspapier weder röten noch entfärben.

Aluminium oxydatum, für Gerbstoffbestimmung nach H. Wislicenus.*)
Aluminiumoxyd.

$Al_2 O_3$. Molekulargewicht 102.2.

Weisses, äusserst lockeres, hygroskopisches Pulver,**) Raumgewicht 0.1—0.2. Unter dem Mikroskop (bei ca. 30—60facher Vergrösserung) erscheint das Pulver in Form von zerrissenen, zum Teil durchscheinenden, flockigen Massen, ähnlich vegetabilischen Gewebsteilen.

1. Prüfung auf metallisches Quecksilber und Aluminium.

Das Präparat nimmt, wenn es durch Aluminium oder Quecksilber verunreinigt ist, beim Befeuchten mit Wasser oder Alkohol eine graue Farbe an, bleibt hingegen weiss, wenn es rein ist. Unter dem Mikroskop sollen Quecksilberkügelchen oder Aluminiummetallkörnchen nicht sichtbar sein.

2. Prüfung auf Adsorptionsfähigkeit für Gerbstoff.

1 g frisch geglühtes Aluminiumoxyd wird in einem mit Gummistopfen verschlossenen Kölbchen mit 200 ccm einer Lösung von 4.5 g reinstem Tannin in 1000 ccm Wasser kräftig durchgeschüttelt,

---

*) Literatur: H. Wislicenus, Gerbstoffbestimmung ohne Hautpulver. Zeitschrift für angewandte Chemie 1904, Seite 801, oder Zeitschrift für analytische Chemie 1905, Seite 96.

**) Das Präparat ist stets vor dem Gebrauch für Gerbstoffbestimmungen auszuglühen.

5 Minuten auf dem Wasserbade erwärmt und filtriert. 50 ccm des Filtrats werden in einem gewogenen Platin- oder Nickelschälchen eingedampft, der Abdampfrückstand bei 105° getrocknet und gewogen.

Ferner ermittelt man den Gesamt-Trockenrückstand (105°) von 50 ccm der ursprünglichen Tanninlösung.

Berechnet man die Trockenrückstände für 200 ccm Tanninlösung, und zieht dann von dem Gesamttrockenrückstand den Rückstand der mit Tonerde behandelten Tanninlösung ab, so soll sich ergeben, dass von 1 g Tonerde 0.40—0.50 g Tannin adsorbiert worden sind.

Ammonium aceticum.
Ammoniumazetat.

$CH_3 . COONH_4$. Molekulargewicht 77.1.

Weisse, hygroskopische Kristallmasse, welche in Wasser und Alkohol leicht löslich ist.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   3 g Ammoniumazetat sollen nach dem Glühen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Ammoniumazetat in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.153) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

   Versetzt man eine Lösung von 1 g Ammoniumazetat in 20 ccm Wasser mit 1 ccm Salzsäure und Baryumchloridlösung, so darf auch nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

4. Prüfung auf Schwermetalle und Erden.

Die Lösung von 5 g Ammoniumazetat in 100 ccm Wasser soll durch Schwefelwasserstoffwasser eine Veränderung nicht erleiden. Ferner soll nach Zusatz von Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung weder eine Färbung noch eine Trübung eintreten.

Ammonium carbonicum.
Ammoniumkarbonat.

$(NH_4) HCO_3 . (NH_4) NH_2 CO_2$.

Als kohlensaures Ammonium bezeichnet man im Handel und in der Pharmazie ein Gemenge von kohlensaurem und karbaminsaurem Ammonium, welches eine weisse, durchscheinende, an der Luft leicht verwitternde und undurchsichtig werdende, nach Ammoniak riechende Kristallmasse darstellt.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

5 g Ammoniumkarbonat sollen nach dem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Sulfat.

5 g Ammoniumkarbonat werden in 100 ccm Wasser und 10 ccm Salzsäure (1.124) gelöst. Man erhitzt die Lösung zum Sieden und fügt Baryumchloridlösung zu. Nach 12stündigem Stehen darf eine Abscheidung von Baryumsulfat nicht erfolgt sein.

3. Prüfung auf Chlorid und Thiosulfat.

Die Lösung von 2 g Ammoniumkarbonat in 50 ccm Wasser darf nach Zusatz von 10 ccm Salpetersäure (1.153) durch Silbernitratlösung keine Veränderung erleiden.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Wird die Lösung von 5 g Ammoniumkarbonat in 30 ccm Wasser und 30 ccm verdünnter Essigsäure mit 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammonium versetzt, so darf Abscheidung eines Niederschlages nicht eintreten; ferner darf die Flüssigkeit weder eine grüne noch eine braune Färbung annehmen.

5. Prüfung auf Ammoniumrhodanid.

Die Lösung von 1 g Ammoniumkarbonat in 20 ccm Wasser und 2 ccm Salzsäure (1.124) soll sich nach Zusatz von 1 Tropfen Eisenchloridlösung nicht rot färben.

6. Prüfung auf Teerbasen.

Man übersättigt 1 g Ammoniumkarbonat mit 5 ccm Salpetersäure und dampft die Lösung im Wasserbade zur Trockene ein. Der Abdampfrückstand muss eine rein weisse Farbe zeigen.

Ammonium chloratum puriss.
Ammoniumchlorid.

NH_4 . Cl. Molekulargewicht 53.52.

Weisses, kristallinisches Pulver, welches in Wasser leicht löslich ist.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

3 g Ammoniumchlorid sollen nach schwachem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Phosphat und Arseniat.

5 g Ammoniumchlorid werden in 20 ccm Wasser gelöst; man versetzt die klare Lösung mit 3 ccm Magnesiamischung und 10 ccm Ammoniaklösung

(0.96). Nach 12stündigem Stehen darf keine Abscheidung erfolgt sein.

3. Prüfung auf Schwermetalle und Erden.

Je 20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) werden mit Schwefelwasserstoffwasser, Ammoniaklösung, Schwefelammonium und Ammoniumoxalatlösung geprüft. Es darf keine Veränderung eintreten.

4. Prüfung auf Sulfat.

Fügt man zu 10 ccm einer Lösung (1:10) einige Tropfen Salzsäure und Baryumchloridlösung, so darf auch nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

5. Prüfung auf Ammoniumrhodanid.

1 g Ammoniumchlorid wird in 10 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit einigen Tropfen Salzsäure und einem Tropfen Eisenchloridlösung versetzt; die Flüssigkeit darf eine rote Farbe nicht annehmen.

6. Prüfung auf Teerbasen.

Wird 1 g Ammoniumchlorid mit 5 ccm Salpetersäure (1.153) im Wasserbade zur Trockene verdampft, so muss der Abdampfrückstand eine rein weisse Farbe zeigen.

Ammonium citricum solutum.
Ammoniumzitratlösung

nach Prof. P. Wagner, zur Bestimmung der in saurer Zitratlösung löslichen Phosphorsäure in Thomasmehlen.

Klare, farblose Flüssigkeit, welche in 1 Liter 150 g kristallisierte, reine Zitronensäure und 23 g Ammoniakstickstoff = 27.93 g Ammoniak enthält. Die Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

Prüfung auf den richtigen Gehalt an Ammoniakstickstoff.

25 ccm der Ammoniumzitratlösung werden mit Wasser auf 250 ccm verdünnt. 25 ccm dieser verdünnten Lösung werden mit 3 g gebrannter Magnesia und ca. 200 ccm Wasser versetzt und unter Vorlage von 40 ccm $^1/_2$ Normal-Schwefelsäure abdestilliert. Nach beendeter Destillation titriert man den Säureüberschuss unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_2$ Normal-Kalilauge zurück.

1 ccm $^1/_2$ Normal-Schwefelsäure = 0.00702 g Stickstoff oder = 0.00853 g Ammoniak.

Ammonium dithiocarbonicum.
Ammoniumdithiokarbonatlösung.

Ersatz für Schwefelwasserstoff und Schwefelammonium.

$CO(SNH_4)_2$. Molekulargewicht 128.26.

Gelbe Flüssigkeit von ammoniakalischem Geruch, welche ca. 10–12% Ammoniumdithiokarbonat, etwa 8% Ammoniumchlorid und kleine Mengen von Ammoniumrhodanid und Schwefelammonium enthält.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 ccm Ammoniumdithiokarbonatlösung dürfen nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Ammoniumkarbonat.

   Werden 10 ccm Ammoniumdithiokarbonat mit 3 ccm einer Kalziumchloridlösung versetzt, so darf auch nach dem Erwärmen keine Fällung eintreten.

Anmerkung. Über die Verwendung des Ammoniumdithiokarbonats siehe Berichte der deutschen pharmazeutischen Gesellschaft 1898, Seite 232, oder Pharmazeutische Zentralhalle 1898, Seite 692.

Ammonium fluoratum puriss.
Ammoniumfluorid.

NH_4F. Molekulargewicht 37.07.

Weisse, in Wasser leicht lösliche Kristalle, deren wässerige Lösung meist infolge eines Gehaltes an $NH_4F . HF$ saure Reaktion zeigt.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 g Ammoniumfluorid sollen nach dem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlorid.

   Werden 5 g Ammoniumfluorid in 25 ccm Wasser gelöst und mit einigen Tropfen Salpetersäure und Silbernitratlösung versetzt, so darf die Flüssigkeit nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Sulfat und kieselfluorwasserstoffsaures Salz.

   Man löst 5 g Ammoniumfluorid in einer Platinschale in 25 ccm Wasser, fügt 25 ccm Salzsäure (1.124) zu und prüft mit Baryumchloridlösung; es darf eine Trübung nicht eintreten.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

   5 g Ammoniumfluorid werden in 25 ccm Wasser gelöst, die Lösung wird mit einigen Tropfen Salzsäure und 10 ccm Schwefelwasserstoffwasser versetzt; es soll keine Veränderung eintreten. Sodann fügt man Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion zu und prüft mit einigen Tropfen Schwefelammonium; es darf höchstens eine schwach grünliche Färbung, aber kein Niederschlag erfolgen.

Ammonium molybdänicum puriss.
Ammoniummolybdat.
Molybdänsaures Ammonium.

$(NH_4)_6 Mo_7 O_{24} + 4H_2O$. Molekulargewicht 1236.43.

Grosse, farblose oder schwach grünlich schimmernde, wasserlösliche Kristalle, welche beim Erhitzen unter Abgabe von Ammoniak und Wasser in Molybdänsäureanhydrid übergehen.

1. Prüfung auf Phosphat.

   10 g Ammoniummolybdat geben mit 25 ccm Wasser und 15 ccm Ammoniaklösung (0.910) eine klare Lösung. Dieselbe wird mit 150 ccm Salpetersäure (1.20) gemischt.*) Diese Flüssigkeit darf nach 2stündigem Stehen bei ca. 40° keine gelbe Abscheidung zeigen.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

   2 g Ammoniummolybdat werden in 5 ccm Wasser und 5 ccm Ammoniaklösung (0.960) gelöst und die Lösung mit 10 ccm Schwefelwasserstoffwasser versetzt; es darf weder eine grüne Färbung noch eine Fällung eintreten.

3. Prüfung auf Sulfat.

   Wird 1 g Ammoniummolybdat in 10 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit Salpetersäure angesäuert, so darf nach Zusatz von Baryumnitratlösung keine Veränderung eintreten.

4. Prüfung auf Chlorid.

   20 ccm der wässerigen, mit Salpetersäure angesäuerten Lösung (1 : 10) sollen durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

---

*) Die Ammoniummolybdatlösung ist unter Umschwenken allmählich in die Salpetersäure zu geben und nicht umgekehrt!

5. Quantitative Bestimmung.

Der Gehalt an Molybdänsäureanhydrid lässt sich durch schwaches Glühen von etwa 1 g bis zum Verschwinden des Ammoniakgeruches und Wägen des rückständigen Molybdänsäureanhydrids annähernd bestimmen; er betrage ca. 81 %.

Die genaue Bestimmung wird ausgeführt in der Weise, wie sie bei Acidum molybdänic. puriss. ausführlich beschrieben wurde.

Ammonium nitricum puriss.
Ammoniumnitrat.

$NH_4 . NO_3$. Molekulargewicht 80.11.

Farblose, in Wasser leicht lösliche Kristalle.

Die Prüfung wird vorgenommen, wie bei Ammonium chloratum beschrieben wurde; ferner ist noch zu prüfen auf Chlorid und Nitrit.

1. Prüfung auf Chlorid.

Wird die Lösung von 1 g Ammoniumnitrat in 10 ccm Wasser mit einigen Tropfen Salpetersäure versetzt und mit Silbernitratlösung geprüft, so darf die Flüssigkeit nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Nitrit.

Die Lösung von 1 g Ammoniumnitrat in 20 ccm Wasser wird mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure und 1 ccm einer frisch bereiteten, farblosen Lösung von salzsaurem Metaphenylendiamin (0.5 : 100)*) versetzt; es darf keine gelbe oder gelbbraune Färbung eintreten.

---

*) Sollte die Lösung von salzsaurem Metaphenylendiamin von vornherein gefärbt sein, so ist sie vor Benutzung durch Erwärmen mit ausgeglühter Tierkohle zu entfärben.

Ammonium oxalicum puriss.
Ammoniumoxalat.

$(COONH_4)_2 + H_2O$. Molekulargewicht 142.16.

Farblose Kristalle, die sich in 25 Teilen kaltem Wasser klar lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   3 g Ammoniumoxalat sollen nach dem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Sulfat.

   5 g Ammoniumoxalat werden in 200 ccm Wasser gelöst und die Lösung zum Kochen erhitzt; sodann werden 10 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung zugefügt. Nach 12stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

3. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Ammoniumoxalat in 25 ccm Wasser, mit 10 ccm Salpetersäure (1.153) und einigen Tropfen Silbernitratlösung versetzt, darf nach dem Umschütteln keine Trübung zeigen.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

   Zu einer Lösung von 1 g Ammoniumoxalat in 25 ccm Wasser fügt man Schwefelwasserstoffwasser; die Lösung soll unverändert bleiben. Nachdem man die Flüssigkeit mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt hat, darf eine grüne Färbung oder Abscheidung eines Niederschlages nicht eintreten.

5. Quantitative Bestimmung.

   Ist auszuführen wie bei Kalium oxalicum neutrale beschrieben ist.

   1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Kaliumpermanganatlösung = 0.007108 g Ammoniumoxalat.

Ammonium phosphoricum puriss.
Ammoniumphosphat (sekundäres).

$(NH_4)_2 H . PO_4$. Molekulargewicht 132.15.

Farblose Kristalle oder weisses Kristallpulver, löslich in 4 Teilen kaltem oder 0.5 Teilen siedendem Wasser. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier schwach alkalisch.

1. Prüfung auf Alkalien.

Die Lösung von 2 g Ammoniumphosphat in 100 ccm Wasser wird zwecks Abscheidung der Phosphorsäure mit einer Bleiazetatlösung im geringen Überschuss versetzt und filtriert. Im Filtrat wird der Überschuss an Blei durch Schwefelwasserstoff gefällt, filtriert, das Filtrat zur Trockene verdampft und der Abdampfrückstand geglüht. Ein in Wasser löslicher, alkalisch reagierender Rückstand soll nicht verbleiben.

2. Prüfung auf Arsen.

Schüttelt man 1 g zerriebenes Ammoniumphosphat mit 3 ccm Zinnchlorürlösung, so darf innerhalb 1 Stunde eine dunklere Färbung nicht eintreten.

3. Prüfung auf Karbonat und Sulfat.

Die Lösung von 1 g Ammoniumphosphat in 20 ccm Wasser darf auf Zusatz von Salzsäure nicht aufbrausen und soll sodann, mit Baryumchloridlösung versetzt, nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

4. Prüfung auf Chlorid.

Wird 1 g Ammoniumphosphat in 20 ccm Wasser gelöst, mit 5 ccm Salpetersäure (1.153) und Silbernitratlösung versetzt, so darf höchstens sehr schwache Opaleszenz eintreten.

5. Prüfung auf Nitrat.

2 g Ammoniumphosphat werden in 10 ccm Wasser gelöst; die Lösung wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1 : 1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure versetzt; nach einstündigem Stehen soll die Flüssigkeit noch blau gefärbt sein.

6. Prüfung auf Schwermetalle.

2 g Ammoniumphosphat werden in 20 ccm Wasser gelöst. Die Lösung soll, mit Salzsäure angesäuert und mit Schwefelwasserstoffwasser versetzt, keine Veränderung zeigen. Nachdem man die Flüssigkeit mit Ammoniaklösung alkalisch gemacht und einige Tropfen Schwefelammonium zugefügt hat, soll sie weder eine grüne Farbe zeigen, noch darf ein Niederschlag abgeschieden werden.

Ammonium rhodanatum puriss.
Ammoniumrhodanid.

$(NH_4) . SCN$. Molekulargewicht 76.17.

Farblose, in Wasser und Alkohol leicht lösliche Kristalle.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

2 g Ammoniumrhodanid sollen nach dem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf in Alkohol unlösliche Verunreinigungen.

1 g Ammoniumrhodanid soll sich in 10 ccm absolutem Alkohol klar und vollständig lösen.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Ammoniumrhodanid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure und Baryumchloridlösung innerhalb 5 Minuten keine Veränderung zeigen.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Wird 1 g Ammoniumrhodanid in 20 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit einigen Tropfen Schwefelammonium versetzt, so darf weder ein Niederschlag noch eine braune Färbung entstehen.

5. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 1 g Ammoniumrhodanid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 0.5 ccm Salzsäure (1.124) vollständig farblos bleiben.

Ammonium sulfuricum puriss.
Ammoniumsulfat.

$(NH_4)_2 SO_4$. Molekulargewicht 132.14.

Farblose Kristalle, welche in 2 Teilen kaltem oder 1 Teil siedendem Wasser löslich sind. In Alkohol ist Ammoniumsulfat unlöslich.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

3 g Ammoniumsulfat sollen nach dem Glühen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 2 Ammoniumsulfat in 20 ccm Wasser darf nach dem Ansäuern mit Salpetersäure und Zusatz von Silbernitratlösung keine Veränderung erleiden.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

2 g Ammoniumsulfat, in 20 ccm Wasser gelöst, sollen weder durch Schwefelwasserstoff noch durch Ammoniak und Schwefelammonium verändert werden.

4. Prüfung auf Ammoniumrhodanid.

1 g Ammoniumsulfat wird in 10 ccm Wasser gelöst; versetzt man die Lösung mit mehreren

Tropfen Salzsäure und 1 Tropfen Eisenchloridlösung, so darf sie eine rote Farbe nicht annehmen.

5. Prüfung auf Phosphat und Arseniat.

5 g Ammoniumsulfat werden in 20 ccm Wasser gelöst; man versetzt die klare Lösung mit 3 ccm Magnesiamischung und 10 ccm Ammoniaklösung (0.96). Nach 12stündigem Stehen darf keine Abscheidung erfolgt sein.

6. Prüfung auf Nitrat.

2 g Ammoniumsulfat werden in 10 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit 1 Tropfen Indigolösung (1 : 1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure versetzt. Die blaue Farbe soll auch nach 1stündigem Stehen noch vorhanden sein.

Ammonium thioaceticum solutum.
Ammoniumthioazetatlösung
(Reagenz nach Schiff).

$CH_3 . CO . S(NH_4)$. Molekulargewicht 93.15.

Klare, gelbliche Flüssigkeit von schwachem, an Schwefelammonium erinnerndem Geruch, welche gegen Lackmuspapier schwach alkalisch reagiert. Die Lösung enthält ca. 30 % Ammoniumthioazetat.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

10 ccm Ammoniumthioazetatlösung sollen nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Ammoniumkarbonat.

Werden 10 ccm Ammoniumthioazetatlösung mit 3 ccm Kalziumchloridlösung versetzt, so darf auch nach dem Erwärmen eine Fällung nicht eintreten.

3. Prüfung auf Sulfat.

10 ccm Ammoniumthioazetatlösung, mit 10 ccm verdünnter Essigsäure gemischt, sollen durch Baryumchloridlösung nicht sofort getrübt werden.

Anmerkungen. Das Reagenz lässt sich nur kurze Zeit unverändert aufbewahren; es wird leicht trübe. Es ist deshalb vorteilhaft, sich nur einen Vorrat für 8—10 Tage durch Lösen der Thioazetsäure in geringem Überschuss von Ammoniaklösung (0.96) zu bereiten.

Über die Verwendung der Ammoniumthioazetatlösung in der Analyse siehe Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft 1894, Seite 3437, und 1895, Seite 1204, oder Zeitschrift für analytische Chemie 1895, Seite 456.

Anilinum puriss.
Anilin.

$C_6H_5 . NH_2$. Molekulargewicht 93.09.

Farblose, ölige, stark lichtbrechende Flüssigkeit, welche sich unter dem Einfluss von Licht und Luft rasch bräunt. Das Anilin löst sich in ca. 35 Teilen Wasser. Es erstarrt in einer Kältemischung und schmilzt dann bei -8^0. Spezifisches Gewicht = 1.027. Siedepunkt 183^0.

Prüfung auf Kohlenwasserstoffe und Nitrobenzol.

5 ccm Anilin lösen sich in 10 ccm Salzsäure (1.124) zu einer klaren Flüssigkeit, welche nach dem Verdünnen mit 15 ccm Wasser und nach dem Erkalten nicht getrübt werden darf.

Anmerkung. Über die Untersuchung des Anilins siehe Lunge, Chemisch-technische Untersuchungs-Methoden 1900, Band III, Seite 745.

Schultz, Chemie des Steinkohlenteers 1886, Band I, S. 289 ff.

Aqua Barytae.
Barytwasser.

Klare, farblose Flüssigkeit von stark alkalischer Reaktion. Barytwasser enthält in 100 Teilen 3.3 Teile kristallisiertes Baryumhydroxyd.

Die Prüfungen werden ausgeführt wie bei Baryum oxydatum hydricum puriss. cryst. beschrieben wurde, jedoch sind für 1 g kristallisiertes Baryumhydroxyd 30 ccm Barytwasser zu verwenden.

Bestimmung des Gehaltes an Baryumhydroxyd.

50 ccm Barytwasser werden unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen mindestens 10.5 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure $=$ 0.1575 g $Ba(OH)_2 + 8 H_2O$.

Aqua bromata.
Bromwasser.

Eine gesättigte, wässerige Lösung von Brom. 100 Teile enthalten ca. 3 Teile Brom.

1. Prüfung auf Schwefelsäure.

Man versetzt 50 ccm Bromwasser mit 1 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung, und kocht die Flüssigkeit bis zur vollständigen Entfernung des Broms; nach einstündigem Stehen soll Abscheidung von Baryumsulfat nicht erfolgt sein.

2. Bestimmung des Gehaltes an Brom.

Man lässt 10 ccm Bromwasser in eine Lösung von 5 g Kaliumjodid in 100 ccm Wasser einfliessen und titriert nach halbstündigem Stehen im ver-

schlossenen Glase mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.007996 g Brom.

Aqua Calcariae.
Kalkwasser.

Klare, farblose Flüssigkeit von stark alkalischer Reaktion.

Bestimmung des Gehaltes an Kalziumhydroxyd.

100 ccm Kalkwasser werden unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen nicht weniger als 4 und nicht mehr als 4.5 ccm Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.03705 g Kalziumhydroxyd.

Aqua chlorata.
Chlorwasser.

Klare, blassgrünlichgelbe Flüssigkeit von starkem Chlorgeruch. Chlorwasser soll ca. 0.4% Chlor enthalten.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

20 g Chlorwasser, in einer Glasschale auf dem Wasserbade verdampft, sollen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Bestimmung des Gehaltes an Chlor.

25 g Chlorwasser lässt man in ein Kölbchen einfliessen, welches eine Lösung von 1 g Kaliumjodid in 25 ccm Wasser enthält. Nach Zusatz von einigen Tropfen Stärkelösung titriert man das aus-

geschiedene Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung. Bis zum Verschwinden der blauen Färbung sollen mindestens 28.2 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung verbraucht werden. 1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.003545 g Chlor.

3. Prüfung auf Salzsäure*).

20 g Chlorwasser werden mit ca. 5 g reinem Quecksilber 5 Minuten lang kräftig geschüttelt. Man filtriert, versetzt das Filtrat mit Phenolphtaleïn und lässt Normal-Kalilauge zutropfen, bis Rotfärbung eintritt. Bis zu diesem Punkte sollen nicht mehr als 0.1 ccm Normal-Kalilauge erforderlich sein.

Aqua destillata.
Destilliertes Wasser.

H_2O. Molekulargewicht 18.01.

Destilliertes Wasser muss gegen Lackmuspapier neutral reagieren.

1. Prüfung auf Ammoniak und Ammoniumverbindungen.

50 ccm Wasser sollen durch 10—15 Tropfen Nesslers Reagenz nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Chlorid.

100 ccm Wasser sollen nach Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

100 ccm Wasser dürfen nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung und nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

*) Jedes einige Zeit aufbewahrte Chlorwasser enthält Salzsäure.

4. Prüfung auf Nitrat.

Man bringt etwa 5 ccm Diphenylaminlösung (siehe Diphenylamin) in ein Reagenzglas und schichtet darauf 10 ccm Wasser. An der Berührungsfläche der beiden Schichten darf keine Blaufärbung eintreten.

5. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

100 ccm Wasser sollen nach dem Verdampfen auf dem Wasserbade keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

6. Prüfung auf Schwermetalle und Kalk.

100 ccm Wasser sollen weder durch Schwefelwasserstoffwasser noch durch Ammoniaklösung oder Schwefelammonium und Ammoniumoxalatlösung verändert werden.

7. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Substanzen (Organische Stoffe, Nitrit etc.).

100 ccm Wasser mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure bis zum Sieden erhitzt und hierauf mit 1 Tropfen Kaliumpermanganatlösung (1:1000) versetzt, sollen, 3 Minuten im Sieden erhalten, nicht entfärbt werden.

Aqua hydrosulfurata.
Schwefelwasserstoffwasser.

Klare, farblose Flüssigkeit, welche kräftig nach Schwefelwasserstoff riecht und auf Zusatz von Eisenchloridlösung reichliche Ausscheidung von Schwefel gibt. Schwefelwasserstoffwasser reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

Aqua Jodi.
Jodwasser.

Gesättigte, wässerige Lösung von Jod (ca. 0.2 g Jod in 1000 ccm).

Bestimmung des Gehaltes an Jod.

100 ccm Jodwasser werden mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.012697 g Jod.

Argentum metallicum puriss. (Blech).
Silber.

Ag. Atomgewicht 107.93.

Weisses, glänzendes Metall, welches in Salzsäure und kalter, verdünnter Schwefelsäure unlöslich ist. Silber löst sich in Salpetersäure und heisser, konzentrierter Schwefelsäure.

1. Prüfung auf fremde Metalle.

Man löst 2 g Silber in möglichst wenig Salpetersäure (1.2). Die Lösung sei farblos, ein unlöslicher Rückstand darf nicht bleiben (Sb u. Sn). Man verdünnt die Lösung mit Wasser, wobei keine Trübung (Bi) eintreten darf, und fällt das Silber bei Siedehitze durch Zusatz von Salzsäure. Man lässt den Niederschlag im Dunkeln absitzen und filtriert. Das Filtrat soll nach dem Eindampfen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

2. Quantitative Bestimmung.

Dieselbe kann entweder auf gewichtsanalytischem Wege durch Fällung des Silbers aus schwach salpetersaurer Lösung mit Salzsäure in der Siedehitze erfolgen, oder man benützt die massanalytische

Methode nach Gay-Lussac, welche in allen Laboratorien der Münzstätten in Gebrauch ist.

Anmerkung. Bezüglich der Ausführung dieser Methode siehe Lunge, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 5. Auflage 1905, II. Band, Seite 135.

Argentum nitricum puriss. cryst.
Silbernitrat.

$AgNO_3$. Molekulargewicht 169.97.

Weisse, glänzende Kristalle oder Stäbchen mit strahlig kristallinischem Bruch, in 0.6 Teilen Wasser, in etwa 10 Teilen Alkohol klar und farblos löslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Chlorid.

Man löst 5 g Silbernitrat in 5 ccm Wasser und lässt diese Lösung in 100 ccm Wasser einfliessen; eine Trübung oder Opaleszenz der Flüssigkeit darf nicht eintreten.

2. Prüfung auf Salpeter.

0.5 g Silbernitrat werden in 0.5 ccm Wasser gelöst. Die Lösung wird mit 20 ccm absolutem Alkohol gemischt und einige Minuten geschüttelt; eine Trübung der Flüssigkeit oder eine Abscheidung soll nicht eintreten.

3. Prüfung auf Kupfer-, Wismut- und Bleisalze.

Man löst 1 g Silbernitrat in 5 ccm Wasser und versetzt die Lösung mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96). Die Flüssigkeit soll klar und farblos bleiben.

4. Prüfung auf durch Salzsäure nicht fällbare Verunreinigungen.

2 g Silbernitrat werden in 50 ccm Wasser gelöst. Man erhitzt die Lösung zum Sieden und versetzt sie mit 3 ccm Salzsäure (1.124). Nachdem der

Niederschlag sich abgesetzt hat, filtriert man und verdampft das Filtrat; ein wägbarer Rückstand soll nicht verbleiben.

5. Quantitative Bestimmung.

Wird ausgeführt wie bei Argentum metallicum angegeben wurde.

Argentum nitrosum puriss.
Silbernitrit.

$Ag\,NO_2$. Molekulargewicht 153.97.

Kleine, gelbliche, nadelförmige Kristalle, welche sich in ca. 300 Teilen kaltem Wasser lösen. In heissem Wasser ist Silbernitrit leichter löslich, erleidet jedoch dabei eine teilweise Zersetzung.

1. Prüfung auf durch Salzsäure nicht fällbare Verunreinigungen.

2 g Silbernitrit werden unter Zusatz von 2 ccm Salpetersäure (1.153) in 100 ccm Wasser unter Erwärmen gelöst. Man erhitzt die Lösung zum Sieden und fügt 3 ccm Salzsäure (1.124) zu. Nachdem sich der Niederschlag abgesetzt hat, filtriert man und verdampft das Filtrat; ein wägbarer Rückstand soll nicht verbleiben.

2. Quantitative Bestimmung.

1.5 g Silbernitrit werden in 500 ccm kaltem Wasser gelöst. Von dieser Lösung lässt man aus einer Bürette in ein auf 40—50^0 erwärmtes Gemisch von 18—19 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung, 20 ccm verdünnter Schwefelsäure und 300 ccm Wasser einfliessen, bis die Rosafärbung eben verschwunden ist. Es ist zu bemerken, dass man gegen Ende die Nitritlösung recht langsam

zusetzen muss, weil der Umschlag von Rosa in farblos stets einige Zeit erfordert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.0076985 g Ag NO_2.

Azolithminum puriss.
Azolithmin.

Azolithmin ist ein besonders reiner, in Wasser löslicher Lackmusfarbstoff, der in Form von schwärzlich violetten Blättchen in den Handel gebracht wird.

Man verwendet Azolithmin als Indikator zumeist in 1prozentiger Lösung. Man löst 1 g unter Erwärmen in 80 ccm Wasser, gibt 20 ccm Alkohol zu und filtriert die Lösung nach dem Erkalten.

Prüfung auf Empfindlichkeit.

50 ccm möglichst alkali- und kohlensäurefreies, destilliertes Wasser mischt man mit 0.1 ccm Azolithminlösung. Die bläulichrote Farbe der so erhaltenen Flüssigkeit muss auf Zusatz von höchstens 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure in Rot nach Zusatz von höchstens 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge in Blauviolett umschlagen.

Anmerkung. Das zu dieser Prüfung verwendete destillierte Wasser muss durch Kochen in Platingefässen von Kohlensäure befreit und in ganz gefüllten Flaschen bei Ausschluss von Luft abgekühlt werden.

Baryum aceticum puriss.
Baryumazetat.

$Ba(CH_3 . COO)_2 + H_2O$. Molekulargewicht 273.46.

Weisses, kristallinisches Pulver, in 2 Teilen Wasser oder in etwa 100 Teilen Alkohol löslich.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Baryumazetat in 20 ccm Wasser, mit Salpetersäure angesäuert, darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Kalk und Alkalien.

5 g Baryumazetat werden in 200 ccm Wasser gelöst, die Lösung wird mit 2 ccm Salzsäure (1.124) versetzt und zum Sieden erhitzt. Man fügt 15 ccm verdünnte Schwefelsäure zu, lässt 12 Stunden stehen und filtriert. Das Filtrat darf nach Vermischen mit Alkohol (85 %) höchstens schwache Opaleszenz zeigen und soll, in einer Platinschale verdampft, nicht mehr als 0.004 g eines feuerbeständigen Rückstandes hinterlassen.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen weder auf Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser, noch auf Zusatz von Ammoniaklösung und Schwefelammonium eine dunkle Färbung oder einen Niederschlag zeigen.

4. Prüfung auf Nitrat.

Wird die Lösung von 1 g Baryumazetat in 10 ccm Wasser durch 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) blau gefärbt, so darf diese Farbe nach Zusatz von 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure nicht verschwinden.

Baryum carbonicum puriss.
Baryumkarbonat.

$BaCO_3$. Molekulargewicht 197.4.

Weisses, in Wasser fast unlösliches Pulver.

1. Prüfung auf in verdünnter Salzsäure unlösliche Verunreinigungen.

5 g Baryumkarbonat sollen in 10 ccm Salzsäure (1.124) und 50 ccm Wasser vollständig löslich sein.

2. Prüfung auf Kalk und Alkalien.

5 g Baryumkarbonat werden in 10 ccm Salzsäure (1.124) und 200 ccm Wasser gelöst und die Lösung zum Sieden erhitzt. Man fügt 15 ccm verdünnte Schwefelsäure zu, lässt 12 Stunden stehen und filtriert. Das Filtrat darf nach Vermischen mit Alkohol (85 %) höchstens schwache Opaleszenz zeigen und soll, in einer Platinschale verdampft, nicht mehr als 0.003 g eines feuerbeständigen Rückstandes hinterlassen.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Baryumkarbonat in 5 ccm Salzsäure (1.124) und 15 ccm Wasser soll weder auf Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser, noch auf Zusatz von Ammoniaklösung und Schwefelammonium eine dunkle Färbung oder einen Niederschlag zeigen.

4. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Baryumkarbonat in 5 ccm Salpetersäure (1.153) und 15.ccm Wasser (um rasche Lösung zu erzielen, erwärmen!) darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Nitrat.

Wird die Lösung von 1 g Baryumkarbonat in 10 ccm verdünnter Essigsäure durch 1 Tropfen Indigolösung (1 : 1000) blau gefärbt, so darf diese Farbe nach Zusatz von 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure nicht verschwinden.

Anmerkung. Über die quantitative Bestimmung von kohlensaurem Baryum auf massanalytischem Wege siehe Mohr, Lehrbuch der chemisch-analytischen Titriermethode, VII. Auflage, Seite 133.

Baryum chloratum puriss.
Baryumchlorid (alkalifrei).

$BaCl_2 + 2H_2O$. Molekulargewicht 244.33.

Farblose Kristalle, die sich in 2.5 Teilen kaltem oder 1.5 Teilen heissem Wasser lösen. In absolutem Alkohol ist Chlorbaryum unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Alkalien.

   3 g Baryumchlorid werden in 100 ccm Wasser gelöst, die Lösung mit 2 ccm Salzsäure (1.124) versetzt und zum Sieden erhitzt. Man fügt 10 ccm verdünnte Schwefelsäure zu, lässt 12 Stunden stehen und filtriert. Das Filtrat, in einer Platinschale verdampft, darf höchstens 0.001 g eines feuerbeständigen Rückstandes hinterlassen.

2. Prüfung auf Strontium- oder Kalziumchlorid.

   Wird 1 g gepulvertes Baryumchlorid mit 20 ccm absolutem Alkohol 5 Minuten geschüttelt, so darf das Filtrat nach dem Abdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

   20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen weder auf Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser, noch auf Zusatz von Ammoniaklösung und Schwefelammonium eine dunkle Färbung oder einen Niederschlag zeigen.

4. Prüfung auf Nitrat.

   Wird die Lösung von 1 g Baryumchlorid in 10 ccm Wasser durch 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) blau gefärbt, so darf diese Farbe nach Zusatz von 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure nicht verschwinden.

5. Prüfung auf chlorsaures Salz.

Werden 2 g Baryumchlorid zerrieben und im Reagenzglase mit 10 ccm konzentrierter Salzsäure erwärmt, so darf sich keine gelbe Färbung der Kristalle oder der Lösung zeigen und kein Chlorgeruch auftreten.

Baryum nitricum puriss.
Baryumnitrat.

$Ba(NO_3)_2$. Molekulargewicht 261.48.

Farblose Kristalle, die sich in 20 Teilen kaltem oder in 2.8 Teilen siedendem Wasser lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral. Baryumnitrat ist in absolutem Alkohol unlöslich.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die wässerige, mit Salpetersäure angesäuerte Lösung (1:20) darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Alkalien und Schwermetalle.

Die Prüfung ist auszuführen, wie bei Baryum chloratum beschrieben wurde.

Baryum oxydatum hydricum puriss. cryst.
Baryumhydroxyd.

$Ba(OH)_2 + 8 H_2O$. Molekulargewicht 315.54.

Weisse Kristalle, löslich in 20 Teilen kaltem oder in 3 Teilen siedendem Wasser, wobei fast immer eine Spur von Baryumkarbonat ungelöst bleibt. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Baryumhydroxyd in 5 ccm Salpetersäure (1.153) und 15 ccm Wasser soll auf Zusatz von Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Kalk und Alkalien.

3 g Baryumhydroxyd werden in 100 ccm Wasser gelöst, die Lösung mit 5 ccm Salzsäure (1.124) versetzt und zum Sieden erhitzt. Man fügt 10 ccm verdünnte Schwefelsäure zu, lässt 12 Stunden stehen und filtriert. Das Filtrat, in einer Platinschale verdampft, darf höchstens 0.002 g eines feuerbeständigen Rückstandes hinterlassen.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

20 ccm der mit Salzsäure angesäuerten, wässerigen Lösung (1 : 20) sollen weder auf Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser, noch auf Zusatz von Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion durch Schwefelammonium eine dunkle Färbung oder einen Niederschlag zeigen.

4. Prüfung auf Schwefelbaryum.

Die wässerige Lösung von Baryumhydroxyd (1 : 20) darf nach dem Ansäuern mit Salzsäure weder den Geruch nach Schwefelwasserstoff zeigen, noch darf sie nach Zusatz von Bleiazetatlösung eine dunkle Farbe annehmen.

5. Quantitative Bestimmung.

1 g Baryumhydroxyd wird in 100 ccm Wasser gelöst, die Lösung mit 1 Tropfen Methylorange versetzt und mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen mindestens 6.3 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.15777 g $Ba(OH)_2 + 8 H_2O$.

Baryum peroxydatum anhydricum pur.
Baryumsuperoxyd.

$Ba O_2$. Molekulargewicht 169.4.

Weisses oder grauweisses, in Wasser unlösliches Pulver, welches sich in kalter, verdünnter Salzsäure unter

Bildung von Wasserstoffsuperoxyd löst. Das Präparat soll mindestens 82 % Baryumsuperoxyd enthalten.

Quantitative Bestimmung.

Man übergiesst 1 g Baryumsuperoxyd in einem Messkölbchen von 100 ccm Inhalt mit einer Lösung von 5 g Kaliumjodid in 30 ccm Wasser, fügt 10 ccm Salzsäure (1.124) zu und lässt diese Mischung unter häufigem Umschütteln ca. eine halbe Stunde verschlossen stehen. Sodann füllt man das Kölbchen bis zur Marke auf, mischt, nimmt von der Mischung 10 ccm und titriert unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal - Natriumthiosulfatlösung; es sollen mindestens 9.7 ccm $^1/_{10}$ Normal - Natriumthiosulfatlösung verbraucht werden.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.00847 g Baryumsuperoxyd.

Baryum sulfuratum.
Baryumsulfid. Schwefelbaryum.

Graue, harte, amorphe Stücke, welche durch Glühen eines Gemenges von Schwerspat, Steinkohlenpulver und Kochsalz hergestellt werden.

Lässt man zu Schwefelbaryum verdünnte Salzsäure zutropfen, so soll ein gleichmässiger Strom von Schwefelwasserstoff entwickelt werden.

Prüfung auf Arsen.

Man trägt in 100 ccm Salpetersäure (1.3), welche in einer Porzellanschale auf 70—80° erhitzt wurde, 10 g fein gepulvertes Schwefelbaryum nach und nach in kleinen Mengen von je 0.2—0.3 g ein und erhitzt nach beendetem Eintragen bis zum Sieden. Sodann versetzt man die Mischung mit 100 ccm arsenfreier, verdünnter Schwefelsäure (1:5) und

dampft auf dem Wasserbade so weit wie möglich ein. Man erhitzt schliesslich weiter auf dem Sandbade bis zur beginnenden Entwickelung von Schwefelsäuredämpfen. Der Rückstand wird nach dem Erkalten mit 100 ccm Wasser angerührt.

Man setzt die Wasserstoffentwickelung im Marshschen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt sodann den aufgeschlemmten Abdampfrückstand in kleinen Mengen in den Entwickelungskolben des Marsh'schen Apparates. Nach 2stündigem Gange darf in der Reduktionsröhre ein Anflug von Arsen nicht wahrnehmbar sein.

Anmerkung. Dieses Präparat dient nur zur Entwickelung von arsenfreiem Schwefelwasserstoff. Die für diesen Zweck bestimmte Salzsäure ist auf Arsen zu prüfen.

Benzidinum puriss.

Benzidin. Paradiamidodiphenyl.

$(C_6 H_4)_2 . (NH_2)_2$. Molekulargewicht 184.17.

Graugelbliches, kristallinisches Pulver. Schmelzpunkt 122°. Benzidin löst sich sehr schwer in kaltem Wasser, leichter in siedendem Wasser, in Alkohol und Äther.

Prüfung auf Sulfat.

5 g Benzidin werden mit einer Mischung von 5 g wasserfreiem Natriumkarbonat und 2 g Kaliumnitrat gut gemischt und sodann im Platintiegel vorsichtig verbrannt. Nach dem Erkalten löst man die Schmelze in 50 ccm Wasser, filtriert, versetzt das Filtrat mit 20 ccm Salzsäure (1.124) und erhitzt zum Sieden. Nach Zusatz von Baryumchloridlösung soll innerhalb 12 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgen.

Benzinum Petrolei.
Petroleumäther.

Farblose, nicht fluoreszierende, leicht entzündliche Flüssigkeit von starkem, nicht unangenehmem Geruch. Spezifisches Gewicht 0.640 – 0.670.

Petroleumäther destilliert zwischen 40 und 75° über*) und erstarrt nicht bei 0°.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen und schwere Öle.

   20 g Petroleumäther, auf dem Wasserbade erwärmt, sollen sich verflüchtigen, ohne einen Rückstand zu hinterlassen. Auf Papier darf Petroleumäther nach dem Verdunsten keinen Fettfleck hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelverbindungen oder reduzierende Stoffe.

   Mischt man 1 ccm Petroleumäther mit 5 ccm einer Lösung von Silbernitrat in alkoholischem Ammoniak, so darf beim Eintauchen in Wasser von ca. 50° eine Bräunung der Mischung nicht eintreten.

Benzolum puriss.
Benzol.

$C_6 H_6$. Molekulargewicht 78.04.

Klare, farblose Flüssigkeit von eigenartigem Geruch, unlöslich in Wasser, leicht löslich in Alkohol und Äther.

---

*) Petroleumäther ist ein Gemisch von verschiedenen Kohlenwasserstoffen. Er hat daher keinen scharfen Siedepunkt, sondern destilliert innerhalb ziemlich weiter Grenzen über.

Die Prüfung des Petroleumäthers auf Benzol durch Nitrierung des letzteren mit Salpeter-Schwefelsäure wurde in die Prüfungsvorschrift nicht aufgenommen, weil es nicht möglich ist, einen Petroleumäther zu erlangen, welcher diese Prüfung aushalten würde.

Benzol erstarrt bei 0° zu rhombischen Kristallblättern, welche bei + 4° schmelzen. Spezifisches Gewicht 0.883. Siedepunkt 80.5°.

1. Prüfung auf Thiophen.*)

Werden 50 ccm Benzol mit 20 ccm konzentrierter Schwefelsäure geschüttelt, so soll die Schwefelsäure farblos bleiben; fügt man ein Kriställchen Isatin zu, so darf die Schwefelsäure nach erneutem Umschütteln und nach einstündigem Stehen weder eine grüne noch blaue Farbe zeigen.

2. Prüfung auf Schwefelkohlenstoff.**)

50 ccm Benzol werden mit 50 g alkoholischer Kalilauge (11 g Kaliumhydroxyd in 90 g absolutem Alkohol) gut gemischt und einige Stunden bei ca. 20° der Ruhe überlassen. Alsdann wird mit etwa 100 ccm Wasser geschüttelt und die wässerige Lösung vom Benzol getrennt. Man neutralisiert die letztere mit Essigsäure und versetzt mit Kupfersulfatlösung. Es darf keine Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

Bismuthum subnitricum puriss. leviss.
Wismutsubnitrat. Basisches Wismutnitrat.

Weisses, mikrokristallinisches Pulver, unlöslich in Wasser und Alkohol, löslich in verdünnter Salz-, Salpeter- oder Schwefelsäure.

Wird Wismutsubnitrat mit Wasser geschüttelt, so erteilt es demselben saure Reaktion.

---

*) Siehe C. Schwalbe: Über den Schwefelgehalt der Reinbenzole; Zeitschrift für Farben- und Textilindustrie 1904, **3**, Seite 461 und 1905, **4**, Seite 113.

) Siehe F. Frank: Chemische Industrie 1901, **24, Seite 237, 262 oder Chemisches Zentralblatt 1901, I, Seite 1251.

1. **Prüfung auf Karbonat, Blei, Kupfer, Salze der Alkalien etc.**

   0.5 g basisches Wismutnitrat sollen sich ohne Erwärmen in 25 ccm verdünnter Schwefelsäure ohne Entwickelung von Kohlensäure vollständig und klar auflösen. 10 ccm dieser Lösung sollen nach Zusatz von überschüssiger Ammoniaklösung ein farbloses Filtrat geben. 10 ccm der schwefelsauren Lösung, mit 100 ccm Wasser verdünnt, sollen nach dem vollständigen Ausfällen des Wismuts durch Schwefelwasserstoff ein Filtrat geben, welches nach dem Eindampfen keinen wägbaren Rückstand hinterlässt.

2. **Prüfung auf Chlorid.**

   Die Lösung von 0.5 g Wismutsubnitrat in 5 ccm Salpetersäure (1.153) darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. **Prüfung auf Sulfat.**

   Die Lösung von 0.5 g Wismutsubnitrat in 5 ccm Salpetersäure soll durch Zusatz von 5—10 Tropfen Baryumnitratlösung nicht verändert werden.

4. **Prüfung auf Ammoniak.**

   Wird 1 g Wismutsubnitrat mit 10 ccm Natronlauge (1.3) erwärmt, so darf Ammoniak nicht entweichen, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

5. **Prüfung auf Glührückstand.**

   1 g Wismutsubnitrat soll nach dem Glühen 0.79 bis 0.82 g Wismutoxyd hinterlassen.

6. **Prüfung auf Arsen.**

   Der bei Prüfung 5 erhaltene Glührückstand wird sehr fein zerrieben und in Schwefelsäure unter Erwärmen gelöst.

   Man setzt die Wasserstoffentwickelung im Marshschen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem,

granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in Gang und bringt alsdann die Wismutlösung in kleinen Mengen in den Entwickelungskolben des Marsh'schen Apparates; nach halbstündigem Gange darf sich in der Reduktionsröhre kein Arsenspiegel zeigen.

Bromum.

Brom.

Br. Atomgewicht 79.96.

Dunkelrote, fast schwarze Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 2.97—2.99, die bei 63° siedet.

Brom löst sich in etwa 30 Teilen Wasser, leicht in Alkohol, Äther, Chloroform und Schwefelkohlenstoff.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   5 g Brom, in einem Porzellanschälchen auf dem Wasserbade erwärmt, sollen sich verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure, Chlor, organische Bromverbindungen (Bromoform, Bromkohlenstoff).

   5 g Brom lösen sich in 100 ccm Wasser nach Hinzutröpfeln von 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) klar und farblos auf.*) Die so erhaltene Lösung von Ammoniumbromid wird zur Trockene eingedampft.

   a) Prüfung auf Schwefelsäure.

   Werden 2 g des erhaltenen Bromammoniums in 60 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit 1 ccm Salzsäure (1.124) versetzt, so darf nach dem

---

*) Organische Bromverbindungen würden sich hierbei allmählich in öligen Tropfen abscheiden.

Zufügen von Baryumchloridlösung innerhalb 12 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgen.

b) Prüfung auf Chlor.

Wird 0.1 g des Bromammoniums in 10 ccm Wasser gelöst, mit 4 ccm einer Ammoniumkarbonatlösung (aus 1 Teil Ammoniumkarbonat, 1 Teil Ammoniaklösung 0.96 und 3 Teilen Wasser) gemischt, ferner mit 12 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung versetzt und filtriert, so zeige das Filtrat nach dem Ansäuern mit Salpetersäure nur schwache Opaleszenz.*)

3. Prüfung auf Jod.

Man löst 1 g Brom in 40 ccm Wasser, fügt 4 g Eisenpulver zu und schüttelt 2—3 Minuten lang. Man filtriert, versetzt das Filtrat mit Stärkelösung und lässt einige Tropfen Bromwasser vorsichtig obenauf fliessen. Es darf sich unterhalb der oberen gelbgefärbten Flüssigkeit nicht sofort eine blaue Zone bilden.

Brucinum puriss. cryst.
Bruzin.

$C_{23}H_{26}N_2O_4 + 2H_2O$.**) Molekulargewicht 430.32.

Kleine, weisse Kristalle, welche sich schwer in kaltem, leichter in siedendem Wasser lösen. Bruzin ist leicht löslich in Alkohol (85 %) und in Chloroform. Die wässerige Lösung des Bruzins reagiert gegen Lackmus-

---

*) Eine unbedeutende Opaleszenz tritt stets ein, da das Bromsilber in Ammoniumkarbonatlösung nicht völlig unlöslich ist.

Über die quantitative Bestimmung von Chlor in Brom siehe Topf, Pharmazeutische Zeitung 1892, Seite 364.

**) Bruzin kristallisiert auch mit 4 Molekülen Wasser und löst sich dann in 320 Teilen kaltem oder 150 Teilen siedendem Wasser.

papier alkalisch und dreht die Ebene des polarisierten Lichtes nach links. Das bei 100° getrocknete Bruzin schmilzt bei 178°.

1. Prüfung auf den Kristallwassergehalt.
   1 g Bruzin wird bei 100° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet; der Gewichtsverlust betrage nicht mehr als 0.083 g.

2. Prüfung auf Salpetersäure.
   0.01 g Bruzin soll sich in 5 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure*) farblos oder höchstens mit kaum sichtbarer, schwach rosa Färbung lösen.

3. Prüfung auf Strychnin.
   0.5 g Bruzin werden mit 5 g absolutem Alkohol bei gewöhnlicher Temperatur unter häufigem Umschütteln 1 Stunde lang behandelt. Man filtriert, bringt etwas des Ungelösten auf ein Uhrglas, lässt es darauf trocken werden, löst es mit einigen Tropfen konzentrierter Schwefelsäure und gibt in diese Lösung einige kleine Kriställchen Kaliumbichromat. Eine blaue, durch Violett und Rot in Grün übergehende Farbenreaktion beweist die Gegenwart von Strychnin.

4. Quantitative Bestimmung.
   0.25 g Bruzin werden in 50 ccm Alkohol (85 %) gelöst und unter Anwendung von Lackmoid als Indikator titriert. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen 5.8 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Salzsäure verbraucht werden.

Cadmium boro-wolframicum solutum.
Kadmiumborowolframat in Lösung.

Gelbliche oder hellbraune Flüssigkeit, deren spezifisches Gewicht 3.28 betragen muss; sie soll klar sein.

*) Die Schwefelsäure ist mit Diphenylamin auf Abwesenheit von Salpetersäure zu prüfen.

Cadmium-Kalium jodatum puriss.
Kaliumkadmiumjodid.

Weisses Pulver, in Wasser und in Alkohol leicht löslich. Kaliumkadmiumjodid nimmt beim Aufbewahren leicht eine schwach gelbe Farbe an.

1. Prüfung auf fremde Metalle.
   a) 1 g Kaliumkadmiumjodid wird in 20 ccm Wasser gelöst, die Lösung mit 2 ccm Kalilauge versetzt und filtriert; das Filtrat darf mit Schwefelwasserstoff keinen Niederschlag geben, auch nicht nach dem Ansäuern mit Salzsäure.
   b) 1 g Kaliumkadmiumjodid wird in 30 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt. Nach dem Umschütteln soll die Flüssigkeit klar und farblos sein.
2. Prüfung auf Sulfat.
   Die mit Salzsäure angesäuerte, wässerige Lösung (1:20) soll durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.
3. Prüfung auf Jodsäure.
   Die mit ausgekochtem Wasser frisch bereitete Lösung (1:20) darf sich auf Zusatz von Stärkelösung und 2—3 Tropfen verdünnter Schwefelsäure nicht sofort blau färben.

Calcaria chlorata
in Würfeln zur Entwickelung von Chlor.
Chlorkalk-Würfel.

Weisse Würfel von chlorähnlichem Geruch, die auf Zusatz von Salzsäure Chlor entwickeln.

100 Teile sollen, mit Salzsäure versetzt, mindestens 25 Teile elementares Chlor abgeben.

Ermittelung des Gehaltes an wirksamem Chlor.

0.5 g gepulverte Würfel werden mit einer Lösung von 3 g Kaliumjodid in 60 ccm Wasser gemischt und mit 5 ccm Salzsäure (1.124) versetzt. Das ausgeschiedene Jod wird mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert, wozu mindestens 35.2 ccm erforderlich sein sollen.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.003545 g Chlor.

Calcaria hydrica.
Kalziumhydroxyd, Kalkhydrat.

$Ca(OH)_2$. Molekulargewicht 74.11.

Weisses, trockenes Pulver.

Die Prüfung wird ausgeführt wie bei Calcium oxydatum caustic. e marmore angegeben ist.

Calcium carbonicum praec. puriss.
Kalziumkarbonat. Kohlensaurer Kalk.

$CaCO_3$. Molekulargewicht 100.1.

Weisses, kristallinisches Pulver, in reinem Wasser fast unlöslich (1 : 27000), etwas löslicher in kohlensäurehaltigem Wasser.

1. Prüfung auf Löslichkeit in Salzsäure, Salpetersäure und Essigsäure.

   5 g Kalziumkarbonat sollen von 25 ccm Salzsäure (1.124) oder 25 ccm Salpetersäure (1.153) oder 60 ccm verdünnter Essigsäure vollständig gelöst werden. Die Lösungen sollen klar und farblos sein.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

   1 g Kalziumkarbonat wird in 5 ccm Salzsäure (1.124) und 25 ccm Wasser gelöst. Diese Lösung soll nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser, ferner nach Zusatz von Ammoniaklösung im Über-

schuss und 2—3 Tropfen Schwefelammonium weder einen Niederschlag noch eine grüne Färbung zeigen.

3. Prüfung auf Magnesia.

1 g Kalziumkarbonat wird in 5 ccm Salzsäure (1.124) und 5 ccm Wasser gelöst. Zu dieser Lösung fügt man 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung im Überschuss, lässt 5 Stunden stehen, filtriert und versetzt das Filtrat mit Natriumphosphatlösung. Die Flüssigkeit soll innerhalb 12 Stunden keinen Niederschlag abscheiden.

4. Prüfung auf Sulfat.

1 g Kalziumkarbonat wird in 5 ccm Salzsäure (1.124) und 25 ccm Wasser gelöst, die Lösung 5 Minuten lang gekocht und mit Baryumchloridlösung versetzt. Innerhalb 12 Stunden soll kein Niederschlag von Baryumsulfat abgeschieden werden.

5. Prüfung auf Chlorid.

Wird 1 g Kalziumkarbonat in 5 ccm Salpetersäure (1.153) und 25 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit Silbernitratlösung versetzt, so darf keine Veränderung eintreten.

6. Prüfung auf Phosphat.

10 g Kalziumkarbonat werden in 50 ccm Salpetersäure (1.153) gelöst und die Lösung mit 25 ccm Ammoniummolybdatlösung versetzt. Lässt man die Flüssigkeit 12 Stunden bei 30—40° stehen, so darf ein gelber Niederschlag nicht abgeschieden werden.

7. Prüfung auf Alkalien und Ätzkalk.

1 g Kalziumkarbonat mit 50 Teilen ausgekochtem und erkaltetem Wasser geschüttelt, gebe ein Filtrat, welches nicht alkalisch reagieren darf und nach dem Eindampfen und Glühen höchstens 0.001 g Rückstand hinterlassen soll.

Calcium chloratum pur. cryst.
Kalziumchlorid.

$CaCl_2 + 6 H_2O$. Molekulargewicht 219.09.

Farblose, an der Luft zerfliessende Kristalle, leicht löslich in Wasser oder Alkohol. Die Lösungen (1 : 10) reagieren gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf in absolutem Alkohol unlösliche Verunreinigungen.

   2 g Kalziumchlorid sollen in 20 ccm absolutem Alkohol vollständig löslich sein.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

   20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 10) sollen sich nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124) und Schwefelwasserstoffwasser nicht verändern. Die Flüssigkeit soll ferner nach Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung und 2—3 Tropfen Schwefelammonium weder eine grüne Färbung annehmen, noch soll Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

3. Prüfung auf Sulfat.

   Die mit 1 ccm Salzsäure (1.124) angesäuerte Lösung von 2 g Kalziumchlorid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von Baryumchloridlösung innerhalb 12 Stunden nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Ammoniumsalze.

   Werden 2 g Kalziumchlorid mit 10 ccm Natronlauge gekocht, so darf sich Ammoniak nicht entwickeln, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

5. Prüfung auf Baryt.

   Die wässerige Lösung von 2 g Kalziumchlorid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 20 ccm Gipswasser innerhalb 3 Stunden nicht verändert werden.

6. Prüfung auf Arsen.

10 g arsenfreies, metallisches Zink werden in eine ca. 200 ccm fassende Entwickelungsflasche des Marsh'schen Apparates gebracht und die Wasserstoffentwickelung mit verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang gesetzt. Man löst 5 g Kalziumchlorid in 20 ccm Wasser, bringt die Lösung in kleinen Portionen in den Marsh'schen Apparat und hält die langsame Gasentwickelung ca. 1 Stunde im Gange; nach dieser Zeit darf sich in der Reduktionsröhre kein Arsenanflug zeigen.

Calcium chloratum fusum.
Geschmolzenes Kalziumchlorid.

$Ca\,Cl_2$. Molekulargewicht 111.

Weisse, kristallinische Massen. Das geschmolzene Kalziumchlorid dient hauptsächlich zum Trocknen von Flüssigkeiten, z. B. Äthern, Estern, ätherischen Ölen, Kohlenwasserstoffen und dergleichen.

Calcium chloratum siccum granulatum.
Getrocknetes Kalziumchlorid.

$Ca\,Cl_2 + 2\,H_2\,O$. Molekulargewicht 147.03.

Weisse, granulierte, poröse Massen von Erbsengrösse, die vorzugsweise zum Trocknen von Gasen verwendet werden.

Zur Füllung von Absorptionsröhren für die Kohlensäurebestimmung, wie für die Elementaranalyse verwendet man dieses Präparat, nachdem es mit Hilfe von Kohlensäure neutral gemacht worden ist.

Calcium oxydatum causticum e marmore. Kalziumoxyd. Ätzkalk (aus Marmor).

Ca O. Molekulargewicht 56.1.

Weisse Stücke von körniger Struktur, die sich beim Besprengen mit Wasser stark erhitzen und sich je nach der Menge des zugesetzten Wassers entweder in ein staubiges Pulver oder in eine breiförmige Masse verwandeln. Kalziumoxyd ist löslich in etwa 800 Teilen kaltem oder 1300 Teilen siedendem Wasser.

1. Prüfung auf Karbonat, Silikat, Tonerde und Sulfat.

5 g Kalziumoxyd werden mit 10 ccm Wasser gelöscht; der auf diese Weise erhaltene Brei soll sich in 30 ccm Salzsäure (1.124) ohne starkes Aufbrausen fast vollständig lösen. Die Lösung wird mit 20 ccm Wasser verdünnt und filtriert. (Der ungelöste Rückstand betrage nach dem Glühen höchstens 0.005 g.) 25 ccm des Filtrats werden mit Baryumchloridlösung versetzt; die Flüssigkeit darf innerhalb 10 Minuten nicht verändert werden. 25 ccm des Filtrats werden mit Ammoniak übersättigt, wobei die Flüssigkeit nur opalisierend getrübt werden soll.

2. Prüfung auf Chlorid.

1 g Kalziumoxyd löscht man mit 3 ccm Wasser, löst es in 10 ccm Salpetersäure (1.153) und verdünnt die Lösung mit 10 ccm Wasser. Die filtrierte Lösung soll durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

Calcium oxydatum causticum (aus Doppelspat). Kalziumoxyd. Ätzkalk.

Ca O. Molekulargewicht 56.1.

Weisse Stücke von der Form der Doppelspat-Kristalle.

1. Prüfung auf Löslichkeit und Sulfat.

3 g Kalziumoxyd, mit 10 ccm Wasser gelöscht, sollen in 15 ccm Salzsäure (1.124) ohne Aufbrausen und vollständig löslich sein. Die Lösung wird mit 50 ccm Wasser verdünnt, zum Sieden erhitzt und mit Baryumchloridlösung versetzt; nach 12stündigem Stehen sollen sich höchstens kaum sichtbare, unwägbare Spuren von Baryumsulfat zeigen.

2. Prüfung auf Phosphat.

3 g Kalziumoxyd werden mit 10 ccm Wasser gelöscht, in 25 ccm Salpetersäure (1.153) gelöst und mit 25 ccm Ammoniummolybdatlösung versetzt. Nach 12stündigem Stehen bei 30—40° soll kein gelber Niederschlag abgeschieden werden.

3. Prüfung auf Chlorid.

3 g Kalziumoxyd werden mit 10 ccm Wasser gelöscht, in 20 ccm Salpetersäure (1.153) gelöst und mit 10 ccm Wasser verdünnt. Diese Lösung soll durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Eisen.

1 g Kalziumoxyd wird mit 5 ccm Wasser gelöscht und in 10 ccm Salzsäure (1.124) gelöst; diese Lösung soll nach Zusatz von 0.5 ccm Kaliumferrocyanidlösung nicht sofort gebläut werden.

Calcium phosphoricum acidum pur.
Kalziumphosphat, primäres.
Monokalziumphosphat.

$Ca(H_2PO_4)_2 + H_2O$. Molekulargewicht 252.14.

Farblose, perlmutterglänzende Blättchen, die an der Luft leicht zerfliessen.

Monokalziumphosphat löst sich in viel Wasser scheinbar unzersetzt, mit wenig Wasser übergossen, scheidet es ein amorphes, kalziumreicheres Salz unter Bildung einer stark sauer reagierenden Lösung aus.

Wird die wässerige Lösung des primären Kalziumphosphats (1:20) zum Kochen erhitzt, so erfolgt Abscheidung eines Niederschlages.

1. Prüfung auf Arsen.

   10 g arsenfreies, granuliertes, metallisches Zink werden in eine ca. 200 ccm fassende Entwickelungsflasche des Marsh'schen Apparates gebracht und die Wasserstoffentwickelung mit verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang gesetzt. Nachdem der Apparat und die Reagenzien in üblicher Weise geprüft sind, löst man 2 g primäres Kalziumphosphat in 5 ccm Salzsäure und 15 ccm Wasser, gibt die Lösung in den Marsh'schen Apparat und hält die langsame Gasentwickelung circa 1 Stunde im Gange; nach dieser Zeit darf sich in der Reduktionsröhre kein Arsenanflug zeigen.

2. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g primärem Kalziumphosphat in 5 ccm Salpetersäure (1.153) und 15 ccm Wasser darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

   Die Lösung von 1 g Kalziumphosphat in 5 ccm Salzsäure und 15 ccm Wasser soll nach Zusatz

von Schwefelwasserstoffwasser und 10 ccm Ammoniaklösung einen rein weissen Niederschlag abscheiden.

Anmerkung. Eine geringe Menge von Schwefelsäure kann bei diesem Präparate nicht beanstandet werden, da diese Verunreinigung infolge der üblichen Darstellungsmethode unvermeidlich ist.

Calcium phosphoricum bibasicum.
Kalziumphosphat, sekundäres.
Dikalziumphosphat.

$CaHPO_4 + 2H_2O$. Molekulargewicht 172.14.

Weisses, kristallinisches, in Salzsäure, Salpetersäure und Phosphorsäure ohne Aufbrausen leicht lösliches Pulver. In Wasser oder kalter Essigsäure ist sekundäres Kalziumphosphat schwer löslich.

Dikalziumphosphat löst sich in siedendem Wasser nicht unverändert; es entsteht eine sauer reagierende Flüssigkeit neben einem amorphen Rückstand, dessen Zusammensetzung sich der des neutralen Salzes nähert.

1. Prüfung auf Arsen.

Dieselbe ist auszuführen, wie beim primären Kalziumphosphat beschrieben wurde; es sind 2 g Dikalziumphosphat in 5 ccm Salzsäure (1.124) und 15 ccm Wasser gelöst, zu verwenden.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g sekundärem Kalziumphosphat in 5 ccm Salpetersäure (1.153) und 15 ccm Wasser darf durch Zusatz von Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Dikalziumphosphat in 5 ccm Salzsäure (1.124) und 15 ccm Wasser gebe mit

Schwefelwasserstoffwasser und 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt, einen rein weissen Niederschlag.

4. Prüfung auf Sulfat.

Wird 1 g Dikalziumphosphat mit 20 ccm Wasser geschüttelt und filtriert, so darf das mit 1 ccm Salzsäure und Baryumchloridlösung versetzte Filtrat innerhalb 12 Stunden nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Glührückstand.

100 Teile sekundäres Kalziumphosphat hinterlassen nach dem Glühen 74—75 Teile Rückstand.*)

Calcium phosphoricum tribasicum siccum.
Kalziumphosphat, tertiäres.
Trikalziumphosphat.

$Ca_3(PO_4)_2$. Molekulargewicht 310.3.

Weisses, amorphes Pulver, unlöslich in kaltem Wasser. Durch siedendes Wasser wird das tertiäre Kalziumphosphat allmählich in ein unlösliches basisches Salz und in ein lösliches saures Salz zersetzt. In Salz- und Salpetersäure ist es leicht und ohne Aufbrausen löslich.

1. Prüfung auf Arsen.

Die Prüfung ist auszuführen, wie beim primären Kalziumphosphat beschrieben wurde; es sind 2 g Trikalziumphosphat, in 5 ccm Salzsäure (1.124) und 15 ccm Wasser gelöst, zu verwenden.

2. Prüfung auf Sulfat.

Wird 1 g Trikalziumphosphat mit 20 ccm Wasser geschüttelt und filtriert, so darf das mit 1 ccm Salz-

---

*) Beim Glühen geht sekundäres Kalziumphosphat in Kalziumpyrophosphat über, wobei es theoretisch 26.12 % Wasser verliert.

säure und Baryumchloridlösung versetzte Filtrat innerhalb 12 Stunden nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Trikalziumphosphat in 5 ccm Salpetersäure (1.153) und 15 ccm Wasser soll durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Trikalziumphosphat in 5 ccm Salzsäure (1.124) und 15 ccm Wasser gebe, mit Schwefelwasserstoffwasser und 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt, einen rein weissen Niederschlag.

Calcium sulfuratum. Kalziumsulfid. Schwefelkalzium.

Spezifisch leichte Würfel von hellgrauer Farbe, die auf Zusatz von verdünnter Salzsäure lebhaft Schwefelwasserstoffgas entwickeln.

Prüfung auf Arsen.

Wird ausgeführt, wie bei Baryum sulfuratum beschrieben wurde.

Anmerkung. Dieses Präparat dient nur zur Entwickelung von arsenfreiem Schwefelwasserstoff. Die für diesen Zweck bestimmte Salzsäure ist auf Arsen zu prüfen.

Calcium sulfuricum praec. pur. Kalziumsulfat. Gips.

$Ca\,SO_4 + 2H_2\,O$. Molekulargewicht 172.19.

Feines, weisses Pulver, schwer löslich in Wasser (ca. 1:500).

Prüfung auf Eisen, Magnesia und Alkalien.

2 g Kalziumsulfat sollen beim Erwärmen mit 10 ccm Salzsäure (1.124) und 100 ccm Wasser eine klare Lösung geben, welche auf Zusatz von

15 ccm Ammoniaklösung und einigen Tropfen Schwefelammonium keine grünliche oder dunkle Färbung annehmen darf. Die Lösung, gleichviel ob ein Niederschlag von Kalziumsulfat in derselben entstanden ist oder nicht, wird mit Ammonoxalatlösung in geringem Überschuss versetzt und filtriert. Das Filtrat darf nach dem Eindampfen und Glühen in einer Platinschale höchstens 0.001 g Rückstand hinterlassen.

Carbo animalis puriss.
Carbo sanguinis, mit Säure gereinigt.
Tierkohle. Blutkohle.

Trockenes, leichtes, schwarzes Pulver.

1. Prüfung auf in Wasser lösliche Verunreinigungen.

   1 g Tierkohle wird mit 20 ccm Wasser ausgekocht. Man filtriert und verdampft das Filtrat zur Trockene; der Abdampfrückstand darf nicht mehr als 0.003 g betragen.

2. Prüfung auf in Alkohol lösliche Verunreinigungen.

   Eine Mischung von 1 g Tierkohle und 20 ccm Alkohol wird zum Sieden erhitzt und filtriert. Das Filtrat darf keinen wägbaren Abdampfrückstand hinterlassen.

3. Prüfung auf Sulfat, Chlorid und Nitrat.

   Man kocht 1 g Tierkohle mit 50 ccm Wasser einige Minuten und filtriert. Das Filtrat sei farblos und neutral. Versetzt man 10 ccm des Filtrats mit Baryumnitratlösung, so darf nicht sofort Trübung eintreten.

   10 ccm des Filtrats dürfen durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

Werden 10 ccm des Filtrats mit 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) blau gefärbt und dann mit 5 ccm konzentrierter Schwefelsäure versetzt, so darf die blaue Farbe nicht verschwinden.

4. Prüfung auf Kupfer, Eisen und Kalk.

1 g Tierkohle wird mit 40 ccm Wasser und 10 ccm Salzsäure (1.124) ca. 5 Minuten gekocht. Man filtriert und versetzt 10 ccm des Filtrates mit 25 ccm Ammoniaklösung (0.96), wobei weder Blaufärbung der Flüssigkeit noch flockige Abscheidung erfolgen darf. Nach weiterem Zusatz von einigen Tropfen Schwefelammonium und Ammoniumoxalatlösung soll nicht sofort Trübung eintreten.

5. Prüfung auf nicht verbrennbare Verunreinigungen.

1 g Tierkohle soll nicht mehr als 0.10 g Glührückstand hinterlassen.

6. Prüfung auf Schwefelwasserstoff.

Man erhitzt 1 g Tierkohle mit 40 ccm Wasser und 10 ccm Salzsäure (1.124) und prüft die entweichenden Dämpfe mit feuchtem Bleiazetatpapier. Eine Bräunung des letzteren darf nicht eintreten.

7. Prüfung auf das Entfärbungsvermögen der Tierkohle.

Man löst 50 g Karamel (Zuckercouleur) in 50 ccm Wasser, fügt 100 ccm Alkohol (85 %) zu, verdünnt das Ganze auf 1 Liter, lässt einige Tage absetzen und filtriert.

5 ccm dieser Karamelflüssigkeit werden mit 50 ccm Wasser verdünnt, nach Zufügen von 1 g Tierkohle 10 Minuten am Rückflusskühler gekocht und sodann filtriert. Das Filtrat soll vollständig farblos sein.

Carmin.

Karmin I. (Naccarat.)

Feurig hochrote, spezifisch leichte Stücke, welche leicht zerreiblich sind und alsdann ein feines Pulver liefern.

Karmin ist in Wasser und verdünnten Säuren unlöslich, dagegen löst er sich in Ammoniaklösung.

1. Prüfung auf Löslichkeit.

0.15 g Karmin sollen sich in einem Gemisch von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und 20 ccm Wasser fast vollständig zu einer violettrot gefärbten Flüssigkeit lösen; es dürfen nur einige Flöckchen ungelöst bleiben.

2. Prüfung auf den Aschengehalt.

0.25 g Karmin sollen nach dem vorsichtigen Verbrennen im Porzellantiegel nicht mehr als höchstens 0.020 g Asche hinterlassen. Man achte auf den Geruch des sich zersetzenden Karmins. Derselbe ist gleich dem, der beim Verbrennen von Proteïnsubstanzen wahrnehmbar ist. Ein Geruch nach Brom deutet auf eine Verfälschung mit Eosinlack und Phenolgeruch zeigt eine solche mit Päoninlack an.

Anmerkung. Über Verfälschungen des Cochenille-Karmins siehe Dinglers polytechnisches Journal 1894, Band 294, Seite 188.

Über die Herstellung von Karminlösungen und Karmintinkturen siehe Mercks Reagenzienverzeichnis, Seite 171.

Über die Zusammensetzung des Karmins und der Karminasche siehe Zeitschrift für angewandte Chemie 1892, Seite 136 ff. oder Zeitschrift für analytische Chemie 1893, Seite 627.

Chloroformium pur.
Chloroform.

C H Cl_3. Molekulargewicht 119.35.

Klare, farblose, leicht flüchtige Flüssigkeit, in Wasser nur wenig (1 : 200) löslich. Mit Alkohol, Äther und fetten und ätherischen Ölen ist Chloroform in jedem Verhältnis mischbar.

Chloroform hat ein spezifisches Gewicht von 1.485 bis 1.489 und siedet bei 60—62°.*)

1. Prüfung auf freie Säure.

20 ccm Chloroform werden mit 10 ccm Wasser eine halbe Minute kräftig durchgeschüttelt; nach dem Absetzen des Chloroforms wird die wässerige Schicht mittels einer Pipette abgehoben. Sie darf blaues Lackmuspapier nicht röten und auch nicht opalisierend getrübt werden, wenn sie auf eine Mischung von je 2.5 ccm Wasser und Silbernitratlösung geschichtet wird.

2. Prüfung auf freies Chlor.

Werden 5 ccm Chloroform mit 5 ccm Jodzinkstärkelösung geschüttelt, so darf weder eine Blaufärbung derselben, noch eine Färbung des Chloroforms eintreten.

3. Prüfung auf organische Verunreinigungen.

20 ccm Chloroform sollen bei häufigem Schütteln mit 15 ccm konzentrierter Schwefelsäure in einem 3 ccm weiten, vorher mit Schwefelsäure gespülten Glase mit Glasstöpsel innerhalb einer Stunde die Schwefelsäure nicht färben.

---

*) Die leichte Zersetzlichkeit des reinen (absoluten) Chloroforms kann durch einen geringen Zusatz (bis zu 1 %) von reinem, absolutem Alkohol hintangehalten werden. Durch diesen Alkoholzusatz werden spezifisches Gewicht und Siedepunkt etwas beeinflusst. Will man das Chloroform vom Alkohol befreien, so schüttelt man dasselbe zweimal mit seinem doppelten Volumen reiner Schwefelsäure, entsäuert es mit gekörntem Kaliumkarbonat und destilliert.

Cobaltum nitricum puriss.
Kobaltnitrat. Salpetersaures Kobaltoxydul.

$Co(NO_3)_2 + 6H_2O$. Molekulargewicht 291.17.

Rote, monokline Prismen, welche in feuchter Luft zerfliessen und in Wasser und Alkohol leicht löslich sind.

1. Prüfung auf Sulfat.
   Die Lösung von 1 g Kobaltnitrat in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung nicht getrübt werden.

2. Prüfung auf Salze der Alkalien.
   Aus einer Lösung von 2 g Kobaltnitrat in 100 ccm Wasser wird das Kobalt durch Zusatz von Ammoniak und Schwefelammonium vollständig ausgefällt. Das Filtrat wird eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht. Das Gewicht des Glührückstandes betrage nicht mehr als 0.005 g.

3. Prüfung auf Zink.
   Man fügt zu einer Lösung von 0.5 g Kobaltnitrat in 50 ccm Wasser 5 ccm Natronlauge (1.3) und versetzt das Filtrat mit Schwefelammonium. Eine Fällung darf nicht eintreten.

4. Prüfung auf Blei und Kupfer.
   Werden 2 g Kobaltnitrat in 50 ccm Wasser gelöst, mit 2 ccm Salpetersäure (1.153) und Schwefelwasserstoffwasser versetzt, so darf die Lösung nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Nickel.
   Man löst 1 g Kobaltnitrat in 20 ccm Wasser und erhitzt diese Lösung nach Zugabe von 3 g Kaliumcyanid so lange zum Sieden, bis sie eine gelbe Farbe angenommen hat. Hierauf filtriert man und gibt zum Filtrat Kalilauge und Bromwasser. Es darf keine Braunfärbung eintreten.

Collodium 4 %.
Kollodium 4 %.

Farblose oder nur schwach gelblich gefärbte, neutrale, sirupdicke Flüssigkeit, welche in dünner Schicht verdunstet ein farbloses, fest zusammenhängendes Häutchen hinterlässt.

1. Prüfung auf Säuren.

   Blaues Lackmuspapier soll beim Eintauchen in Kollodium nicht sofort gerötet werden.

2. Bestimmung des Rückstandes.

   10 g Kollodium sollen, auf dem Wasserbade eingedampft, einen Abdampfrückstand hinterlassen, der nach dem Trocknen bei 100° 0.38—0.40 g wiegt.

Cuprum metallicum puriss.
Kupfer, auf elektrolytischem Wege hergestellt.

Cu. Atomgewicht 63.60.

1. Prüfung auf fremde Metalle.

   a) 10 g Kupfer werden in 60 ccm Salpetersäure (1.3) gelöst; die Lösung wird auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft. Der Abdampfrückstand soll sich in 50 ccm Wasser und 10 ccm Salpetersäure (1.3) vollständig und klar lösen. (Abwesenheit von Antimon und Zinn.) Man fügt zur Lösung 15 ccm konzentrierte Schwefelsäure (1.84), dampft die Lösung neuerdings auf dem Wasserbade so weit wie möglich ein und erhitzt den Abdampfrückstand auf einem Sandbade bis zur Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen. Den Rückstand nimmt man mit 100 ccm Wasser auf, wobei nichts Unlösliches zurückbleiben darf. (Abwesenheit von Blei.) Wird die

klare Lösung mit 5 ccm Salzsäure versetzt, so soll eine Trübung nicht eintreten. (Abwesenheit von Silber.) Nunmehr versetzt man die Flüssigkeit mit 150 ccm Ammoniaklösung und lässt sie 3—4 Stunden bei 50—60 ° stehen. Sodann filtriert man die Flüssigkeit durch ein aschenfreies Filter und wäscht letzteres mit ammoniakhaltigem Wasser bis zum vollständigen Verschwinden des Kupfers aus. Das Filter samt etwa vorhandenem Niederschlag wird eingeäschert. Der Glührückstand betrage nicht mehr als höchstens 0.001 g. (Eisen, Wismut.)

b) 10 g Kupfer werden in 60 ccm Salpetersäure (1.3) gelöst; man fügt zur Lösung 15 ccm konzentrierte Schwefelsäure (1.84), dampft die Lösung auf dem Wasserbade soweit wie möglich ein und erhitzt den Abdampfrückstand auf einem Sandbade bis zur Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen. Den Rückstand löst man in 300 ccm Wasser und leitet in die Lösung bei ca. 70 ° Schwefelwasserstoff ein bis zur vollständigen Ausfällung des Kupfers. Das Filtrat wird eingedampft, die Schwefelsäure auf dem Sandbade verjagt und der Abdampfrückstand geglüht. Das Gewicht des Glührückstandes soll nicht mehr als 0.002 g betragen.

2. Prüfung auf Arsen.

10 g Kupfer werden in 60 ccm Salpetersäure (1.3) gelöst; man fügt zur Lösung 15 ccm konzentrierte Schwefelsäure (1.84), dampft die Lösung auf dem Wasserbade so weit wie möglich ein und erhitzt den Abdampfrückstand auf einem Sandbade bis zur Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen. Den Rückstand löst man nach dem Erkalten in 100 ccm Wasser.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marshschen Apparat mit Hilfe von 50 g arsenfreiem,

granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in Gang, bringt alsdann die Kupfersulfatlösung in kleinen Portionen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates und hält die langsame Gasentwicklung ca. 2 Stunden im Gange; nach dieser Zeit darf sich in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen zeigen.

Cuprum chloratum (bichloratum) puriss.
Kupferchlorid.

$CuCl_2 + 2H_2O$. Molekulargewicht 170.53.

Grüne, hygroskopische Kristalle, welche sich leicht in Wasser, Alkohol und auch in Äther lösen.

1. Prüfung auf in Alkohol unlösliche Verunreinigungen.

   Die Lösung von 5 g Kupferchlorid in 5 ccm Wasser soll durch Mischen mit 5 ccm Alkohol (90 %) nicht getrübt werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Kupferchlorid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure und Baryumchloridlösung innerhalb 5 Minuten nicht getrübt werden.

3. Prüfung auf Salze der Alkalimetalle.

   In eine Lösung von 3 g Kupferchlorid in 100 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure (1.124) leitet man bei ca. 70° Schwefelwasserstoffgas ein, bis das Kupfer vollständig ausgefällt ist. Das Filtrat darf nach dem Eindampfen und Glühen nicht mehr als 0.002 g Rückstand hinterlassen.

4. Prüfung auf Eisen.

   Wird ausgeführt wie bei Cuprum Ammonium chloratum puriss. angegeben ist.

5. Prüfung auf Arsen.

20 g arsenfreies, metallisches Zink werden in eine ca. 200 ccm fassende Entwicklungsflasche des Marsh'schen Apparates gebracht und die Wasserstoffentwicklung mit verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang gesetzt; man löst 1 g Kupferchlorid in 20 ccm Wasser, gibt die Lösung in kleinen Mengen in den Marsh'schen Apparat und hält die langsame Gasentwicklung ca. eine Stunde im Gange; nach dieser Zeit darf sich kein Arsenanflug in der Reduktionsröhre zeigen.

Cuprum chloratum album (monochloratum). Kupferchlorür.

$Cu_2 Cl_2$. Molekulargewicht 198.1.

Weisses, kristallinisches Pulver, welches in Wasser unlöslich, in konzentrierter Salzsäure und in Ammoniaklösung hingegen löslich ist.

Die gute Beschaffenheit des Kupferchlorürs ergibt sich durch das Äussere. Das Präparat soll weiss, nicht grün*) oder braun sein. Sowohl die salzsaure wie die ammoniakalische Lösung muss rasch und reichlich Kohlenoxyd absorbieren.

Cuprum oxydatum pur. Kupferoxyd.

$Cu O$. Molekulargewicht 79.6.

Das Kupferoxyd wird in der Elementaranalyse in Form von feinem Pulver oder groben Körnern und schliesslich in Drahtform verwendet.

*) Kupferchlorür färbt sich an der Luft rasch grün.

1. Prüfung auf Nitrat, Chlorid und Kohlensäure.

100 g Kupferoxyd sollen beim Erhitzen und Überleiten von feuchter, kohlensäurefreier Luft keine Dämpfe entwickeln, welche Lackmuspapier röten oder Kalkwasser trüben.

2. Prüfung auf durch Schwefelwasserstoff nicht fällbare Verunreinigungen (Eisen etc.).

2 g Kupferoxyd werden in 10 ccm Salzsäure (1.19) gelöst und mit Wasser auf 100 ccm verdünnt. Der in Salzsäure unlösliche Rückstand soll nach dem Glühen nicht mehr als 0.005 g betragen. In die Lösung leitet man bei ca. 70° Schwefelwasserstoff ein bis zur vollständigen Ausfällung des Kupfers, verdampft das Filtrat auf dem Wasserbade und glüht den Abdampfrückstand. Das Gewicht des Glührückstandes soll nicht mehr als 0.02 g betragen.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Kupferoxyd in 5 ccm Salzsäure (1.19) soll nach dem Verdünnen auf 50 ccm durch Baryumchloridlösung nicht sofort getrübt werden.

4. Prüfung auf Kalk.

20 g Kupferoxyd werden in einem Gemisch von 5 ccm Salpetersäure (1.153) und 95 ccm Wasser ca. 15 Minuten lang unter öfterem Umschütteln digeriert. Man filtriert, fällt im Filtrat das Kupfer durch Schwefelwasserstoff vollständig aus und filtriert nochmals. Das Filtrat wird auf dem Wasserbade bis auf ca. 20 ccm eingedampft und sodann mit Ammoniaklösung im Überschuss versetzt. Nach nochmaligem Filtrieren fügt man zum Filtrat Ammoniumoxalatlösung, worauf nicht sofort eine Trübung eintreten soll.

Cuprum sulfuricum puriss. cryst.
Kupfersulfat.

$Cu\,SO_4 + 5H_2O$. Molekulargewicht 249.74.

Blaue, durchsichtige, an trockener Luft wenig verwitternde Kristalle, in 3.5 Teilen kaltem und 1 Teile siedendem Wasser löslich, in Alkohol unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Salze der Alkalimetalle etc.

In eine Lösung von 3 g Kupfersulfat in 100 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure (1.124) leitet man bei ca. 70° Schwefelwasserstoffgas ein, bis das Kupfer vollständig ausgefällt ist. Das Filtrat darf nach dem Eindampfen und Glühen nicht mehr als 0,001 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 5 g Kupfersulfat in 25 ccm Wasser wird mit 2 ccm Salpetersäure (1.3) versetzt und zum Sieden erhitzt. Alsdann fügt man 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) zu, giesst die Flüssigkeit durch ein aschenfreies Filter und wäscht letzteres mit ammoniakhaltigem Wasser bis zum vollständigen Verschwinden des Kupfers aus. Das Filter samt etwa vorhandenem Niederschlag wird eingeäschert. Der Glührückstand betrage nicht mehr als höchstens 0.001 g.

Cuprum Ammonium chloratum puriss.
Kupferammoniumchlorid.

$Cu\,Cl_2 \,.\, 2(NH_4\,Cl) + 2H_2O$. Molekulargewicht 277.57.

Blaue Kristalle, welche sich in Wasser klar lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier schwach sauer.

1. Prüfung auf freie Säuren.

Die Lösung von 30 g Kupferammoniumchlorid in 100 ccm Wasser sei vollkommen klar. Bringt man in dieselbe einige Stückchen Klavierdraht, so soll sich derselbe unter Abscheidung von Kupfer, jedoch ohne Gasentwicklung auflösen.

2. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Kupferammoniumchlorid in 20 ccm Wasser soll sich nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure und Baryumchloridlösung innerhalb 5 Minuten nicht trüben.

3. Prüfung auf Salze der Alkalimetalle etc.

Man leitet in eine Lösung von 3 g Kupferammoniumchlorid in ca. 100 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure (1.124) bei etwa 70^{0} Schwefelwasserstoff ein, bis das Kupfer vollständig ausgefällt ist. Das Filtrat darf nach dem Eindampfen und Glühen nicht mehr als 0.002 g Rückstand hinterlassen.

4. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 5 g Kupferammoniumchlorid in 25 ccm Wasser wird mit 2 ccm Salpetersäure (1.3) versetzt und zum Sieden erhitzt. Sodann fügt man 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) zu, giesst die Flüssigkeit durch ein aschenfreies Filter und wäscht letzteres mit ammoniakhaltigem Wasser bis zum vollständigen Verschwinden des Kupfers aus. Das Filter samt etwa vorhandenem Niederschlag wird eingeäschert. Der Glührückstand betrage nicht mehr als höchstens 0.002 g.

Diphenylaminum puriss. albiss. cryst.
Diphenylamin. *)

$(C_6H_5)_2NH$. Molekulargewicht 169.12.

Weisse, monokline Kristalle, unlöslich in Wasser, leicht löslich in Alkohol, Äther und Benzol.

Diphenylamin schmilzt bei 54° und siedet bei 302°.

1. Prüfung auf Salpetersäure.

   0.2 g Diphenylamin sollen sich in 20 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure und 2 ccm Wasser farblos lösen. Tritt eine Blaufärbung ein, so ist die Schwefelsäure mit Bruzin auf Abwesenheit von Salpetersäure zu prüfen.

2. Prüfung auf Anilin.

   Wird 1 g gepulvertes Diphenylamin in 20 ccm Chlorkalklösung geschüttet, so darf die Flüssigkeit keine violette Färbung annehmen.

Eosinum jodatum.
Jodeosin. Tetrajodfluoreszeïn.

$C_{20}H_8J_4O_5$. Molekulargewicht 835.94.

Scharlachrotes, kristallinisches Pulver, welches sich in Alkohol mit tiefroter, in Äther mit gelbroter Farbe

*) Die Diphenylaminlösung als Reagenz wird bereitet durch Auflösen von 0.5 g Diphenylamin in 100 ccm reiner, konzentrierter (salpetersäurefreier) Schwefelsäure und 20 ccm Wasser. Das Reagenz wird nach Lunge (Zeitschrift für angewandte Chemie 1894, S. 345) wie folgt angewendet:

Bei der Prüfung auf Salpeter- oder salpetrige Säure bringt man etwa 5 ccm der Reagenzlösung in ein Reagenzglas und schichtet darauf die zu untersuchende Flüssigkeit. Ist letztere spezifisch schwerer als die Reagenzlösung, so schichtet man die Diphenylaminlösung über die zu untersuchende Flüssigkeit.

Über eine Steigerung der Empfindlichkeit der Salpetersäure-Reaktion mit Diphenylamin bei Wasseruntersuchungen siehe Zeitschrift für analytische Chemie 1899, S. 429.

löst. In Wasser, welches mit einer Spur Salzsäure angesäuert ist, soll Jodeosin unlöslich sein.

Den Indikator bereitet man sich durch Lösen von 1 g Jodeosin in 500 ccm Alkohol.

Prüfung.

In einer Glasstöpselflasche aus weissem Glase übergiesst man 100 ccm Wasser nach Zugabe von 5 Tropfen Jodeosinlösung mit 30 ccm Äther. Alsdann lässt man aus einer Bürette tropfenweise Hundertstel-Normal-Salz-Säure zufliessen, indem man nach jedem Tropfen kräftig durchschüttelt, bis die wässerige Schicht gerade farblos geworden. Hierauf gibt man abermals 5 Tropfen Jodeosinlösung zu. Nach erneutem Schütteln darf sich die wässerige Schicht nicht rosa gefärbt haben, oder eine etwa entstandene Färbung muss doch auf Zusatz von 1 Tropfen $^1/_{100}$ Normal-Salzsäure wieder verschwinden.

Anmerkung. Über die Verwendung des Jodeosins bei Alkaloidbestimmungen siehe Zeitschrift für analytische Chemie 1900, Seite 205, und Mercks Berichte 1900, Seite 9 und 32.

Ferro-Ammonium sulfuricum puriss. cryst.
Eisenoxydulammoniumsulfat.
Mohrsches Salz.

$FeSO_4 + (NH_4)_2SO_4 + 6H_2O$. Molekulargewicht 392.26.

Schwach bläulichgrün gefärbte Kristalle oder hellbläulichgrünes, kristallinisches Pulver, löslich in 6 Teilen kaltem Wasser.

Eisenoxydulammoniumsulfat enthält genau $^1/_7$ seines Gewichtes an metallischem Eisen in Form von Oxydul.

1. Prüfung auf Eisenoxydsalz.

Die Lösung von 1 g gepulvertem Eisenoxydulammoniumsulfat in 20 ccm ausgekochtem (von Sauer-

stoff befreitem) Wasser, mit 1 ccm Salzsäure (1.124) und einigen Tropfen Kaliumrhodanidlösung versetzt, soll nicht sofort rot gefärbt werden.

2. Prüfung auf Kupfer, Zink und Salze der Alkalien.

Die Lösung von 5 g Eisenoxydulammoniumsulfat in 50 ccm Wasser wird mit 5 ccm Salpetersäure (1.3) versetzt und einige Minuten lang gekocht. Sodann versetzt man die Flüssigkeit mit 15 ccm Ammoniaklösung (0.96) und filtriert nach etwa einer Stunde. Das Filtrat muss farblos sein. (Cu.)

10 ccm des Filtrats werden mit Schwefelwasserstoffwasser versetzt, wobei keine Veränderung eintreten soll. (Zn.)

30 ccm des Filtrats werden auf dem Wasserbade zur Trockene verdampft und der Abdampfrückstand geglüht. Ein wägbarer Rückstand darf nach dem Glühen nicht verbleiben.

3. Quantitative Bestimmung.

1 g Eisenoxydulammoniumsulfat wird in 50 ccm (ausgekochtem) Wasser gelöst, mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure versetzt und mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Kaliumpermanganatlösung = 0.039226 g Eisenoxydulammoniumsulfat.

Ferrum.
Eisen.

Fe. Atomgewicht 55.9.

Metallisches Eisen findet im analytischen Laboratorium Verwendung in Form von dünnem, blankem Draht (Klavierdraht) oder grauem, durch Reduktion mit Wasserstoff erhaltenem Eisenpulver (Ferrum hydrogenio reductum)

und schliesslich als gewöhnliches, graues, glänzendes Eisenpulver (Ferrum metallicum pulveratum).

1. Ferrum metallicum in filis.
Klavierdraht.

Eisendraht dient hauptsächlich zur Titerstellung von Kaliumpermanganatlösungen. Man glaubte früher, den Wirkungswert des Drahtes unbedenklich gleich dem von 99.6—99.8 wirklich reinem Eisen annehmen zu dürfen. Treadwell hat jedoch nachgewiesen, dass die verschiedenen Sorten von Draht einen recht schwankenden Wirkungswert gegenüber Chamäleonlösung zeigen und dass manche einen Wirkungswert von über 100 % Eisen haben, was Lunge vollkommen bestätigt.

Nichtsdestoweniger ist der Eisendraht eine bequeme, unveränderliche und auch vollkommen zuverlässige Ursubstanz für Chamäleonlösung, wenn man einmal den Wirkungswert desselben gegenüber einer Kaliumpermanganatlösung kennt, deren Titer man mit Hilfe einer anderen Ursubstanz genau ermittelt hat.

Zur einwandfreien Titerstellung der Chamäleonlösung empfehle ich entweder Natriumoxalat (siehe Natrium oxalicum puriss. nach Sörensen) oder den von Lunge angegebenen Weg*), ausgehend von der Soda als Ursubstanz, also über Soda (bei ca. 300° getrocknet), $^{1}/_{5}$ Normal-Salzsäure, $^{1}/_{5}$ Normal-Kalilauge und Oxalsäure zur Kaliumpermanganatlösung.

Wo ein Gasvolumeter zur Verfügung steht, kann die Titerstellung auch mit Wasserstoffsuperoxyd nach der Nitrometermethode (Lunge, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, V. Auflage 1904, 1. Band, S. 127) ausgeführt werden.

2. Ferrum hydrogenio reductum puriss.
Durch Reduktion mit Wasserstoff erhaltenes Eisenpulver.

Graues, glanzloses, feines Pulver, welches in 100 Teilen mindestens 90 Teile metallisches Eisen enthält:

*) Zeitschrift für angewandte Chemie 1904, S. 267.

1. Prüfung auf Löslichkeit in Säuren, ferner auf Kohlenstoff und Kieselsäure.

10 g Ferrum reductum sollen sich in einem Gemisch von 20 ccm Schwefelsäure (1.84) und 200 ccm Wasser fast vollständig lösen. Etwa ungelöster Rückstand wird abfiltriert, bei 100° getrocknet und gewogen; er soll nicht mehr als höchstens 0.05 g betragen.

2. Prüfung auf Schwefel.

Man übergiesst 1 g Ferrum reductum in einem Reagenzglase mit einer Mischung von 10 ccm Salzsäure (1.124) und 10 ccm Wasser. Der entweichende Wasserstoff verändere innerhalb 10 Sekunden feuchtes Bleiazetatpapier nicht.

3. Prüfung auf Natriumkarbonat.

Werden 5 g Ferrum reductum mit 50 ccm Wasser geschüttelt und filtriert, so soll das Filtrat rotes Lackmuspapier nicht blau färben und nach dem Eindampfen keinen Rückstand hinterlassen.

4. Prüfung auf Stickstoff.

10 g Ferrum reductum werden in einem Gemisch von 20 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) und 200 ccm Wasser unter Erwärmen gelöst. Nach dem Erkalten fügt man 100 ccm Natronlauge (1.3) zu, destilliert ca. 50 ccm ab und fängt das Destillat in einer Vorlage auf, die ca. 20 ccm Wasser und 2—3 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure enthält. Man titriert das Destillat unter Anwendung von Methylorange mit $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge. Der Verbrauch an Kalilauge darf höchstens um 0.2 ccm geringer sein, als die Menge der vorgelegten Säure.

5. Prüfung auf Arsen.

Eine Mischung von 1 g Ferrum reductum und 1 g Kaliumchlorat wird mit 10 ccm Salzsäure (1.124)

übergossen, und nachdem die Einwirkung beendet ist, bis zur Entfernung des freien Chlors erhitzt. Werden sodann 5 ccm des Filtrats mit 15 ccm Zinnchlorürlösung versetzt, so darf innerhalb einer Stunde eine dunklere Färbung nicht eintreten.

6. Bestimmung des Gehaltes an metallischem Eisen.

In ein Messkölbchen von 100 ccm Inhalt bringt man 1 g Ferrum reductum, 10 g fein gepulvertes Quecksilberchlorid und 50 ccm kochendes Wasser. Diese Mischung erhält man auf dem Drahtnetze bei kleiner Flamme etwa 5 Minuten lang unter öfterem Umschwenken im Sieden und füllt sodann das Kölbchen sofort mit kaltem, ausgekochtem Wasser bis zur Marke auf. Nach dem Abkühlen der Mischung auf 15^{0} füllt man abermals mit Wasser bis zur Marke auf, schüttelt gut durch und lässt sie im gut verschlossenen Kölbchen zum Absetzen stehen. Hierauf filtriert man, versetzt sofort 10 ccm des Filtrats mit 10 ccm verdünnter Schwefelsäure und titriert mit $^{1}/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung bis zur schwachen Rötung. Dazu sollen mindestens 16 ccm erforderlich sein.

Zur Kontrolle löst man in der schwach roten Flüssigkeit 2 g Kaliumjodid, lässt 1 Stunde in verschlossener Flasche bei 20^{0} stehen und titriert unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung bis zum Verschwinden der Blaufärbung. 1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung oder 1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.00559 g Eisen.

3. Ferrum metallicum pulveratum.
Gepulvertes Eisen.

Feines, schweres, metallisch glänzendes, graues Pulver, welches mindestens 98 $^{0}/_{0}$ Eisen enthalten soll.

1. **Prüfung auf Löslichkeit in Säuren, auf Kohlenstoff, Kieselsäure und Schwefel.**

   10 g gepulvertes Eisen sollen in einem Gemisch von 20 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) und 200 ccm Wasser fast vollständig löslich sein. Ein unlöslicher Rückstand wird abfiltriert, bei 100° getrocknet und gewogen; er betrage nicht mehr als höchstens 0.005 g. Das beim Auflösen entweichende Gas soll einen mit Bleiazetatlösung getränkten Papierstreifen innerhalb 5 Sekunden nicht mehr als bräunlich färben.

2. **Prüfung auf Stickstoff.**

   Dieselbe wird ausgeführt wie bei Ferrum reductum beschrieben wurde.

3. **Prüfung auf Arsen.** Ebenso.

4. **Prüfung auf Kupfer, Zink und Blei.**

   1 g gepulvertes Eisen wird in 25 ccm Salpetersäure (1.153) unter Erhitzen bis zum Kochen gelöst. Die Lösung wird mit 25 ccm Wasser verdünnt, mit 30 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt und filtriert; das Filtrat darf keine blaue Farbe zeigen und soll auf Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

5. **Quantitative Bestimmung.**

   1 g gepulvertes Eisen wird in etwa 50 ccm verdünnter Schwefelsäure gelöst und die Lösung auf 100 ccm verdünnt. 10 ccm dieser Lösung werden mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung bis zur schwachen Rötung und nach eingetretener Entfärbung, welche nötigenfalls durch einige Tropfen Alkohol zu bewirken ist, mit 2 g Kaliumjodid versetzt. Diese Mischung lässt man eine Stunde lang im verschlossenen Gefässe bei 20° stehen und titriert sie hierauf mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung; zur Bindung des ausgeschiedenen Jods

sollen mindestens 17.5 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung erforderlich sein.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.00559 g Eisen.

Ferrum chloratum oxydulatum pur.
Eisenchlorür.

$FeCl_2 + 4H_2O$. Molekulargewicht 198.86.

Blassgrünliches, hygroskopisches Pulver, in gleichen Teilen Wasser, dem einige Tropfen Salzsäure zugesetzt sind, mit schwach grüner Farbe löslich. Eisenchlorür ist auch in Alkohol löslich.

1. Prüfung auf Oxychlorid.

Die Lösung von 1 g Eisenchlorür in 1 ccm Wasser und 2—3 Tropfen Salzsäure (1.124) soll blassgrün oder grün sein und darf keine gelbgrüne Farbe zeigen. Mit 5 ccm gesättigtem Schwefelwasserstoffwasser versetzt, erleide die Lösung nur ganz geringe Trübung infolge Ausscheidung von Schwefel.*)

2. Prüfung auf Sulfat, Kupfer und Alkalien.

5 g Eisenchlorür werden mit 10 ccm Wasser und 5 ccm Salpetersäure (1.3) einige Minuten gekocht. Man verdünnt auf 120 ccm, versetzt mit 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) und filtriert. 50 ccm des Filtrats werden eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht. Der Glührückstand darf höchstens 0.001 g betragen.

20 ccm des Filtrats sollen nach dem Ansäuern mit Essigsäure weder durch Baryumnitratlösung noch durch Kaliumferrocyanidlösung verändert werden.

---

*) Geringe Mengen von Eisenoxychlorid enthält jedes Eisenchlorür auch bei sorgfältigster Bereitung.

3. Prüfung auf Arsen.

Die Lösung von 1 g Eisenchlorür in 1 ccm Wasser und einigen Tropfen Salzsäure soll, mit 3 ccm Zinnchlorürlösung versetzt, innerhalb 1 Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.

Ferrum sesquichloratum cryst.
Eisenchlorid.

($Fe_2 Cl_6 + 12 H_2 O$). Molekulargewicht 540.69.

Gelbe, kristallinische, an der Luft bald zerfliessende Masse. Eisenchlorid ist leicht löslich in Wasser, Alkohol und einem Gemisch von Alkohol und Äther. Die Lösungen reagieren gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf basisches Salz und andere in Wasser schwer lösliche Verunreinigungen.

10 g Eisenchlorid sollen sich in 10 ccm Wasser vollständig und klar lösen.

2. Prüfung auf Salzsäure und Chlor.

Bringt man einige Kubikzentimeter Eisenchloridlösung (1:1) auf ein Uhrglas und hält darüber einen mit Ammoniaklösung befeuchteten Glasstab, so dürfen sich keine Nebel bilden.

Hält man über die Öffnung des die Eisenchloridlösung enthaltenden Gefässes ein Stück mit Jodzinkstärkelösung befeuchtetes Papier, so darf dasselbe innerhalb 2 Minuten nicht blau gefärbt werden.

3. Prüfung auf Arsen.

Eine Mischung aus 1 ccm Eisenchloridlösung (1:1) und 3 ccm Zinnchlorürlösung soll im Laufe 1 Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.

4. Prüfung auf Oxydulsalz.

Versetzt man die wässerige Lösung (1:20) mit 1 ccm Salzsäure (1.124) und einigen Tropfen Kaliumferricyanidlösung, so darf eine blaue Färbung nicht eintreten.

5. Prüfung auf Kupfer, Salpetersäure und sonstige Verunreinigungen. (Salze der Alkalien, Kalk.)

20 ccm Eisenchloridlösung (1:1) werden mit 100 ccm Wasser verdünnt, mit 25 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt und filtriert. 50 ccm des farblosen Filtrats sollen nach dem Verdampfen und Glühen höchstens 0.001 g Rückstand hinterlassen. Werden 2 ccm des Filtrats mit 2 ccm konzentrierter Schwefelsäure gemischt, und wird diese Mischung mit 1 ccm Ferrosulfatlösung überschichtet, so darf an der Berührungsfläche der beiden Schichten keine braune Zone entstehen.

20 ccm des Filtrats sollen nach dem Ansäuern mit Essigsäure durch Kaliumferrocyanidlösung nicht verändert werden.

6. Prüfung auf Sulfat.

10 g Eisenchlorid werden in 100 ccm Wasser gelöst. Man versetzt die Lösung mit 25 ccm Ammoniaklösung (0.96) und filtriert. Das Filtrat darf nach dem Ansäuern mit Essigsäure und Zusatz von Baryumchloridlösung nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

Ferrum sulfuratum.
Eisensulfür. Schwefeleisen.

Fe S. Molekulargewicht 87.96.

Dunkelgraue oder grauschwarze, schwere, harte Massen, welche sich in verdünnter Salz- oder Schwefelsäure unter lebhafter Entwickelung von Schwefelwasserstoff lösen.

Quantitative Bestimmung.

0.5 g fein gepulvertes Schwefeleisen werden in eine Retorte gebracht, deren Tubus mit einer Trichterröhre mit Glashahn versehen ist. Nachdem man die Retorte mit einer Vorlage, welche $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung (50—100 ccm) enthält, verbunden hat, lässt man durch das Trichterrohr ein Gemisch von 20 ccm Wasser und 20 ccm verdünnter Schwefelsäure zufliessen, verschliesst den Glashahn und erhitzt zum Sieden. Nachdem die Zersetzung des Schwefeleisens beendet und der Schwefelwasserstoff vollständig übergegangen ist (die Jodlösung darf nicht völlig entfärbt werden), bestimmt man den Überschuss an Jodlösung durch $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.004398 g Schwefeleisen.

Ferrum sulfuricum oxydatum ammoniatum.
Ferriammoniumsulfat. Eisenammoniakalaun.

$Fe_2(SO_4)_3 . (NH_4)_2 SO_4 + 24 H_2O$.

Molekulargewicht 964.56.

Grosse, blassviolette (amethystfarbene), durchsichtige, oktaedrische Kristalle, löslich in 2 Teilen Wasser, unlöslich in Alkohol. Die wässerige Lösung reagiert sauer.

1. Prüfung auf Eisenoxydulsalz.

Versetzt man die Lösung von 1 g Ferriammoniumsulfat in 20 ccm Wasser mit 1 ccm Salzsäure (1.124) und einem Tropfen frisch bereiteter Kaliumferricyanidlösung, so darf weder Grün- noch Blaufärbung eintreten.

2. Prüfung auf Chlorid.

30 ccm der wässerigen Lösung 1 : 20 sollen nach Zusatz von 3 ccm Salpetersäure (1.153) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Zink und Kupfer.

Die Lösung von 2 g Ferriammoniumsulfat in 50 ccm Wasser wird mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt und filtriert. Das Filtrat sei farblos.

a) 20 ccm des Filtrats sollen durch Schwefelammonium keine Veränderung erleiden.
b) 20 ccm des Filtrats werden mit Essigsäure angesäuert und mit Kaliumferrocyanidlösung versetzt; die Flüssigkeit bleibe unverändert.

4. Prüfung auf Alkalien.

Die Lösung von 5 g Ferriammoniumsulfat in 100 ccm Wasser wird mit 15 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt und filtriert. Das Filtrat wird eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht. Der Glührückstand soll nicht mehr als höchstens 0.002 g betragen.

Ferrum sulfuricum oxydulatum puriss. cryst.
Ferrosulfat.

$Fe\,SO_4 + 7\,H_2O$. Molekulargewicht 278.07.

Blassgrünlichblaue, monokline Kristalle, löslich in 1.8 Teilen kaltem Wasser oder in 0.5 Teilen siedendem Wasser; in Alkohol und Äther ist Ferrosulfat unlöslich.

1. Prüfung auf in Wasser unlösliche Verunreinigungen.

Die mit ausgekochtem und wieder abgekühltem Wasser frisch bereitete Lösung (1 : 20) sei klar und von grünlichblauer Farbe.

2. Prüfung auf Alkalien.

Die Lösung von 5 g Ferrosulfat in 100 ccm Wasser wird mit 5 ccm Salpetersäure (1.3) versetzt und einige Minuten lang gekocht. Man fügt 15 ccm Ammoniaklösung (0.96) zu und filtriert. Das Filtrat

wird eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht. Der Glührückstand betrage nicht mehr als höchstens 0.001 g.

3. Prüfung auf Kupfer und Zink.

Die Lösung von 2 g Ferrosulfat in 50 ccm Wasser wird mit 3 ccm Salpetersäure (1.3) unter Kochen oxydiert, mit 8 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt und filtriert.

a) 15 ccm des Filtrats sollen nach Zusatz von einigen Tropfen Schwefelammonium keine Veränderung erleiden.

b) Man säuert 20 ccm des Filtrats mit Essigsäure an und versetzt mit Kaliumferrocyanidlösung. Die Flüssigkeit bleibe unverändert.

4. Quantitative Bestimmung.

1 g Ferrosulfat wird in 50 ccm (ausgekochtem) Wasser gelöst, mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure versetzt und mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Kaliumpermanganatlösung = 0.027807 g Ferrosulfat.

Furfurol puriss.
Furfurol.

$C_5 H_4 O_2$. Molekulargewicht 96.03.

Frisch destilliert eine klare, farblose Flüssigkeit, welche sich unter dem Einfluss von Licht und Luft rasch gelb färbt. Furfurol hat das spezifische Gewicht 1.165—1.166, siedet bei 158—160° und löst sich in 12 Teilen kaltem Wasser. In Alkohol und Äther ist es sehr leicht löslich.

Anmerkung. Über die quantitative Bestimmung des Furfurols siehe Zeitschrift für analytische Chemie 1901, Seite 550, und 1904, Seite 256.

Über die Verwendung des Furfurols als Reagenz siehe Mercks Reagenzienverzeichnis Seite 19, 129 und 157.

Galleïn liquidum.
Galleïn.

Blassbrauner, aus Pyrogallolphtaleïn bestehender Farbstoff. Galleïn dient als Indikator in alkoholischer Lösung.

Glycerinum bidestillatum puriss. 1.23.
Glyzerin.

$C_3 H_8 O_3$. Molekulargewicht 92.06.

Klare, farb- und geruchlose, neutral reagierende Flüssigkeit, welche in jedem Verhältnis in Wasser und Alkohol, nicht aber in Äther oder Chloroform löslich ist. Spezifisches Gewicht 1.225—1.235.

1. Prüfung auf Arsen.

   1 ccm Glyzerin soll, mit 3 ccm Zinnchlorürlösung gemischt, im Laufe einer Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.

2. Prüfung auf freie Säuren und Basen.

   10 ccm Glyzerin, mit 50 ccm Wasser verdünnt, sollen weder rotes noch blaues Lackmuspapier verändern.

3. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

   5 ccm Glyzerin sollen, in offener Schale bis zum Sieden erhitzt und angezündet, vollständig bis auf einen dunklen Anflug, der bei stärkerem Erhitzen verschwindet, verbrennen.

4. Prüfung auf Verunreinigungen, welche ammoniakalische Silberlösung reduzieren.

   Wird eine Mischung von 1 ccm Glyzerin und 1 ccm Ammoniaklösung (0.96) im Wasserbade auf 60 ° erwärmt und dann sofort mit 3 Tropfen Silbernitratlösung versetzt, so soll innerhalb 5 Minuten in

dieser Mischung weder eine Färbung noch eine braunschwarze Ausscheidung erfolgen.

5. Prüfung auf Ammoniumverbindungen und organische Verunreinigungen, wie sie im ungereinigten Glyzerin vorkommen.

   1 ccm Glyzerin soll, mit 1 ccm Natronlauge erwärmt, sich weder färben noch Ammoniak oder einen Geruch nach leimartigen Substanzen entwickeln.

   Ammoniak wäre mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen.

6. Prüfung auf Fettsäuren.

   1 ccm Glyzerin soll, mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure gelinde erwärmt, keinen unangenehmen, ranzigen Geruch abgeben.

7. Prüfung auf Salzsäure (Chlorid).

   5 ccm Glyzerin, mit 25 ccm Wasser verdünnt, sollen durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

8. Prüfung auf Schwefelsäure und Oxalsäure.

   Die Lösung von 5 g Glyzerin in 25 ccm Wasser darf weder durch Baryumchloridlösung noch durch Kalziumchloridlösung verändert werden.

9. Prüfung auf Schwermetalle.

   Werden 5 ccm Glyzerin mit 25 ccm Wasser verdünnt und mit Schwefelwasserstoffwasser versetzt, so darf keine Veränderung eintreten.

Guajacin nach Schmitt.
Guajazin.

Bräunliches, amorphes, in Alkohol lösliches Pulver. Das Guajazin ist ein nach einem besonderen Verfahren aus Guajakholz dargestellter Körper, welcher durch oxy-

dierende Substanzen blau gefärbt wird. Das Guajazin ist bedeutend empfindlicher als das Guajakharz und gilt für ein gutes Reagenz auf Oxydasen.

Man verwendet das Guajazin in 5 %iger, alkoholischer Lösung, welche sich in schwarzen, vollständig angefüllten, gut verschlossenen Flaschen sehr gut hält.

Haemateinum.
Hämateïn.

$C_{16}H_{12}O_6$. Molekulargewicht 300.09.

Rötlichbraune Tafeln mit gelblichgrünem Metallglanz. 100 Teile Wasser lösen bei 20° 0.06 Teile. Hämateïn ist schwer löslich in Äther und Alkohol, unlöslich in Chloroform und Benzol. Löslich ist es in Ammoniaklösung mit braunvioletter und in verdünnter Natronlauge mit hellroter Farbe.

Haematoxylinum cryst.
Hämatoxylin.

$C_{16}H_{14}O_6 + 3H_2O$. Molekulargewicht 356.16.

Farblose oder blassgelbe, tetragonale Säulen, die bei 100—120° unter Wasserverlust schmelzen. Beim langsamen Erkalten einer siedend heiss gesättigten Lösung scheidet sich das Hämatoxylin zuweilen mit 1 Molekül Wasser in rhombischen Kristallen ab. Hämatoxylin ist wenig löslich in kaltem Wasser und in Äther, leichter in Boraxlösung und in heissem Wasser, leicht löslich in Alkohol. Am Lichte färbt es sich allmählich rötlich und löst sich alsdann mit gelber Farbe. In Ammoniaklösung löst sich Hämatoxylin mit Purpurfarbe.

Als Indikator verwendet man Hämatoxylin in 0.5 %iger, alkoholischer Lösung.

Anmerkung. Über die Verwendung des Hämatoxylins als Indikator bei der Titration der Alkaloide siehe Kippenberger, Zeitschrift für analytische Chemie 1900, Seite 201; ferner Messner, Zeitschrift für angewandte Chemie 1903, Seite 444.

Hautpulver
für Gerbstoffbestimmung.

Weisses oder gelblichweisses, feinwolliges Pulver, welches aus bester, mit Kalk enthaarter und gut gewaschener Blösse hergestellt wird. Das Hautpulver soll nur schwach riechen und darf insbesondere keinen Geruch nach Fäulnisprodukten zeigen.

Bestimmung der wasserlöslichen Stoffe.*)

5 g Hautpulver werden in ein Glockenfilter, wie es von Procter angegeben wurde (siehe Lunge, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 1900, Band III, Seite 580), gebracht. Sodann hängt man das Filter in ein ca. 150—200 ccm fassendes Becherglas, befestigt das Heberrohr mittelst eines Halters, so dass die Glocke fast bis auf den Boden des Glases reicht und giesst in dasselbe zunächst nur wenig Wasser, um das gesamte Hautpulver mit demselben kapillar zu benetzen. Nachdem diese Durchfeuchtung des Pulvers in etwa 1 Stunde erfolgt ist, wird das Becherglas gefüllt und an dem Heberrohr vorsichtig gesaugt, bis das Filtrat langsam abtropft. Die Filtration von 90—100 ccm dauert etwa $1^1/_2$—2 Stunden. Die ersten abgeheberten 30 ccm lässt man weglaufen, die nächsten 50 ccm werden auf dem Wasserbade zur Trockene verdampft. Der Abdampfrückstand wird bis zum gleichbleibenden Gewichte im Luftbade bei 100—105° getrocknet. Das Gewicht dieses Trockenrückstandes soll nach den Beschlüssen der internationalen Konferenz der Chemiker für Lederindustrie 0.005 g nicht übersteigen.

*) Da die Menge der wasserlöslichen Stoffe bei den verschiedenen Hautpulversorten ziemlich schwankt, so ist es stets erforderlich, bevor man eine Hautpulversorte für Gerbstoffanalysen verwendet, zunächst durch eine blinde Bestimmung die Quantität der löslichen Stoffe in der oben beschriebenen Weise zu ermitteln.

Hydrargyrum vivum puriss. bidestillat.
Quecksilber.

Hg. Atomgewicht 200.0.

Flüssiges, beim Erhitzen ohne Rückstand flüchtiges Metall, welches eine glänzende Oberfläche zeigen soll.

Prüfung auf fremde Metalle.

a) Werden 20 g Quecksilber unter gutem Abzug in einem Porzellanschälchen erhitzt, so darf kein wägbarer Rückstand hinterbleiben.

b) Kocht man 5 g Quecksilber mit 5 ccm Wasser und 4.5 g Natriumthiosulfat in einem Probierrohre ungefähr 1 Minute lang, so darf das Quecksilber seinen Glanz nicht verlieren und höchstens einen schwach gelblichen Stich annehmen.

Hydrargyrum bichloratum corrosivum puriss.
Quecksilberchlorid.

$HgCl_2$. Molekulargewicht 270.9.

Weisse, durchscheinende, prismatische Kristalle.

Quecksilberchlorid löst sich in 16 Teilen kaltem, in 3 Teilen siedendem Wasser, in 3 Teilen Alkohol und in 12—14 Teilen Äther. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf durch Schwefelwasserstoff nicht fällbare Verunreinigungen.

   Man leitet in die Lösung von 5 g Quecksilberchlorid in 100 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure (1.124) Schwefelwasserstoff ein, bis das Quecksilber vollständig gefällt ist, und verdampft das farblose Filtrat auf dem Wasserbade; ein wägbarer Abdampfrückstand darf nicht hinterbleiben.

2. Prüfung auf Arsen.

Wird das bei der Prüfung 1. erhaltene Schwefelquecksilber mit einer Mischung von 5 ccm Ammoniaklösung und 45 ccm Wasser geschüttelt, so darf das Filtrat nach dem Ansäuern mit Salzsäure weder eine gelbe Farbe noch einen gelben Niederschlag zeigen.

3. Prüfung auf Quecksilberchlorür und andere in Äther unlösliche Verunreinigungen.

1 g gepulvertes Quecksilberchlorid soll sich in 25 ccm Äther vollständig lösen.

Hydrargyrum nitricum oxydulatum puriss. cryst. Merkuronitrat. Salpetersaures Quecksilberoxydul.

$Hg_2(NO_3)_2 + 2H_2O$. Molekulargewicht 560.11.

Farblose, monokline Tafeln oder Säulen, welche sich in etwa 2 Teilen warmem Wasser zu einer klaren, sauer reagierenden Flüssigkeit lösen. Durch viel Wasser findet Zersetzung der Lösung statt unter Abscheidung eines hellgelben Niederschlages. Am besten wird die Lösung durch salpetersäurehaltiges Wasser bewirkt.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

2 g Merkuronitrat sollen beim Glühen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

2. Prüfung auf Oxydsalz.

1 g Merkuronitrat wird in 5 ccm Wasser unter Zusatz von 3—5 Tropfen Salpetersäure (1.153) gelöst. Die Lösung wird mit 15 ccm Wasser verdünnt, mit Salzsäure in Überschuss versetzt und filtriert; das Filtrat soll mit Schwefelwasserstoffwasser nur Spuren eines Niederschlages zeigen.

Hydrargyrum oxydatum rubr. praep.
Hydrargyrum oxydatum flav. via hum. parat.
Quecksilberoxyd.

HgO. Molekulargewicht 216.0.

Spezifisch schweres, rotgelbes (rubr.) oder gelbes (flav.) Pulver, welches von verdünnter Salz- oder Salpetersäure leicht und klar gelöst wird.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.
   2 g Quecksilberoxyd sollen beim Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlorid.
   Die Lösung von 1 g Quecksilberoxyd in 5 ccm Salpetersäure (1.153) und 15 ccm Wasser darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Sulfat.
   Die Lösung von 1 g Quecksilberoxyd in 5 ccm Salpetersäure und 15 ccm Wasser soll nach Zusatz von Baryumnitratlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Nitrat.
   Eine Mischung aus 1 g Quecksilberoxyd und 2 ccm Wasser soll, nach einem Zusatz von 2 ccm Schwefelsäure und nach dem Überschichten mit 1 ccm Ferrosulfatlösung, auch nach längerem Stehen keine gefärbte Zone bilden.

Hydrargyrum Kalium jodatum.
Kaliummerkurijodid.

$HgJ_2 \cdot 2KJ$. Molekulargewicht 785.6.

Schwefelgelbe, kristallinische, an feuchter Luft zerfliessende Stücke.

Prüfung auf Löslichkeit.

5 g Kaliummerkurijodid sollen sich in 10 ccm Wasser vollständig und klar lösen. Diese Lösung soll auch nach Zusatz von 80 ccm Wasser klar bleiben.

Hydrogenium peroxydatum, Perhydrol. Wasserstoffsuperoxyd 30 %.

H_2O_2. Molekulargewicht 34.01.

Wasserhelle Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.115 bis 1.119, welche 30 Gewichtsprozente Wasserstoffsuperoxyd*) enthält. Die Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.**)

1. Prüfung auf Schwefelsäure.

   Man verdünnt 1 ccm Wasserstoffsuperoxyd mit 20 ccm Wasser, fügt 1 ccm Salzsäure (1.124) zu, erhitzt zum Kochen und versetzt mit Baryumchloridlösung. Nach 12stündigem Stehen darf eine Abscheidung von Baryumsulfat nicht erfolgt sein.

2. Prüfung auf Abdampfrückstand. (Schwefelsäure, Phosphorsäure etc.)

   10 ccm Wasserstoffsuperoxyd sollen, auf dem Wasserbade erwärmt, sich verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

---

*) Eine Wasserstoffsuperoxydlösung, welche 30 Gewichtsprozente Wasserstoffsuperoxyd enthält, wird als 100 volumprozentig bezeichnet und zwar soll durch diese Bezeichnung zum Ausdrucke gebracht werden, dass aus diesem Wasserstoffsuperoxyd sein 100faches Volumen Sauerstoff in Freiheit gesetzt werden kann.

**) Die saure Reaktion wird durch den hohen Gehalt an Wasserstoffsuperoxyd bedingt. Will man prüfen, ob ausser Wasserstoffsuperoxyd auch Säuren die saure Reaktion verursachen, so zerstört man zuerst das Wasserstoffsuperoxyd mit Hilfe eines Körnchens Platinmohr oder Bleisuperoxyd.

3. Prüfung auf Oxalsäure.

Die Lösung von 2 ccm Wasserstoffsuperoxyd in 10 ccm Wasser soll auf Zusatz von Kalziumchloridlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Salzsäure.

1 ccm Wasserstoffsuperoxyd mit 20 ccm Wasser verdünnt und mit 1 ccm Salpetersäure (1.153) versetzt, soll durch einige Tropfen Silbernitratlösung nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Fluorwasserstoff.

Dampft man 10 ccm Wasserstoffsuperoxyd mit einigen Tropfen Natronlauge ein, bringt die konzentrierte Flüssigkeit auf ein Uhrglas, trocknet sie auf diesem ein, übergiesst den Rückstand mit konzentrierter Schwefelsäure und lässt das Ganze 2—3 Stunden an einem warmen Orte stehen, so darf auf dem Uhrglas nach dem Abspülen keine Ätzung wahrnehmbar sein.

6. Prüfung auf Phosphorsäure.

Man dampft 5 ccm Wasserstoffsuperoxyd auf dem Wasserbade ein, nimmt einen etwaigen Rückstand mit 3 ccm Wasser auf, versetzt mit 1 ccm Magnesiamischung und 3 ccm Ammoniaklösung (0.96). Nach 12stündigem Stehen soll eine Ausscheidung nicht erfolgt sein.

7. Quantitative Bestimmung.

Man wägt 1 g Wasserstoffsuperoxyd in ein Messkölbchen von 100 ccm Inhalt und füllt mit Wasser bis zur Marke auf. 20 ccm dieser Flüssigkeit werden mit 50 ccm Wasser verdünnt, mit 40 ccm verdünnter Schwefelsäure versetzt und mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen mindestens 35 ccm verbraucht werden.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Kaliumpermanganatlösung = 0.0017008 g Wasserstoffsuperoxyd.

Hydroxylaminum hydrochloricum puriss. Salzsaures Hydroxylamin.

$NH_2OH \cdot HCl$. Molekulargewicht 69.52.

Trockene, farblose Kristalle, die sich in einem Teil Wasser oder in 15 Teilen Alkohol sowie in Glyzerin lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   1 g salzsaures Hydroxylamin, auf dem Platinblech erhitzt, muss sich ohne Rückstand verflüchtigen.

2. Prüfung auf Ammoniumchlorid.

   Die alkoholische Lösung (1 : 20) soll mit Platinchloridlösung keinen Niederschlag geben.

3. Prüfung auf Schwefelsäure.

   20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 10) sollen auf Zusatz von Baryumchloridlösung innerhalb 12 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

4. Prüfung auf Eisen.

   10 ccm der wässerigen Lösung (1 : 10) sollen durch Kaliumrhodanidlösung nicht verändert werden.

5. Quantitative Bestimmung.

   Man löst 1 g salzsaures Hydroxylamin in 30 ccm Wasser und titriert die Lösung unter Anwendung von Phenolphtaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge bis zur bleibenden Rötung.

   1 ccm Normal-Kalilauge = 0.06952 g salzsaures Hydroxylamin.

Indigo.

1. Indigo, synthetisch.

Dunkelblaues, feines Pulver, welches mindestens 95 % Indigoblau enthält.

1. Bestimmung des Aschengehaltes.

1 g Indigo verwandelt sich beim Erhitzen im Platintiegel in einen schön purpurroten Dampf und hinterlässt nicht mehr als 0.01 g Glührückstand.

2. Bestimmung der Feuchtigkeit.

Wird 1 g Indigo bei 100 ° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet, so darf der Gewichtsverlust nicht mehr als 0.01 g betragen.

3. Bestimmung des Gehaltes an Indigoblau*). (Indigotin.)

Man gibt 1 g Indigo in ein Becherglas von etwa 50 ccm Inhalt, übergiesst ihn mit 8 ccm rauchender Schwefelsäure, die ca. 10 % Anhydrid enthält und erwärmt die Mischung auf dem Sandbade unter öfterem Umrühren auf 50—60 °.

Nach 1—2 Stunden ist der Indigo gelöst. Man spült die Lösung in einen Literkolben und füllt mit Wasser zur Marke auf. Man schüttelt gut um, bringt 100 ccm der Lösung in eine Porzellanschale, fügt 400 ccm Wasser und 50 ccm verdünnte Schwefelsäure (1 : 10) hinzu und titriert alsdann mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung. Zunächst bemerkt man keine Änderung der dunkelblauen Farbe, nach und nach geht sie aber durch Grün in Lichtgelb über. Dieses (und nicht etwa die beginnende Rotfärbung) ist der scharf und deutlich zu erkennende Endpunkt der Titration.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.007415 g Indigotin.

---

*) Eine völlig einwandfreie Wertbestimmung des Indigo existiert zurzeit noch nicht. Die hier angegebene Methode gibt häufig etwas zu hohe Resultate. Letztere sind aber zufriedenstellend, wenn es sich um feine Marken von Indigo handelt, welche seltener fremde organische Verbindungen enthalten. Bei dieser Methode wird auch Indigorot mitbestimmt.

2. Pflanzen-Indigo.

Dunkelblaue, spezifisch leichte Stücke, welche beim Reiben mit einem Hornlöffel oder einem anderen harten Gegenstand kupferfarbigen Metallglanz annehmen. Guter Pflanzen-Indigo hat ein niedrigeres spezifisches Gewicht als Wasser, schwimmt also auf diesem.

Der Pflanzen-Indigo soll mindestens 60 % Indigoblau enthalten.

1. Bestimmung des Aschengehaltes.

   1 g Indigo soll nicht mehr als 0.12 g Asche hinterlassen.

2. Bestimmung der Feuchtigkeit.

   Wird 1 g Indigo bei 100° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet, so darf die Gewichtsabnahme nicht mehr als 0,06 g betragen.

3. Bestimmung des Gehaltes an Indigoblau. (Indigotin.)

   Dieselbe ist auszuführen, wie beim synthetischen Indigo beschrieben wurde.

Indigotin puriss. cryst.
Indigoblau.

$C_{16} H_{10} N_2 O_2$. Molekulargewicht 262.08.

Entweder purpurfarbige, kupferglänzende, rhombische Kristalle oder ein dunkelblaues Pulver mit einem Stich ins Rötliche, welches durch Druck oder Reiben Kupferglanz annimmt. Indigoblau ist unlöslich in Wasser, Alkohol, Äther, verdünnten Säuren und Alkalien. Es wird von 15 Teilen konzentrierter Schwefelsäure oder 5 Teilen rauchender Schwefelsäure unter Bildung von Indigosulfosäuren gelöst.

1. Bestimmung des Aschengehaltes.

   1 g Indigotin soll nach dem Glühen nicht mehr als 0.0015 g Rückstand hinterlassen.

2. Bestimmung der Feuchtigkeit.

1 g Indigotin darf nach dem Trocknen bei 100° bis zur Gewichtskonstanz nicht mehr als 0.005 g an Gewicht verlieren.

3. Bestimmung des Gehaltes an Indigotin.

Dieselbe ist auszuführen, wie beim synthetischen Indigo beschrieben wurde.

Jodum resublimatum puriss.
Jod.

J. Atomgewicht 126.97.

Schwarzgraue, metallisch glänzende, trockene, rhombische Tafeln oder Blätter, welche in Alkohol, Äther und Chloroform leicht löslich sind. Jod löst sich in ungefähr 5000 Teilen Wasser, reichlich löst es sich in einer wässerigen Jodkaliumlösung.

Das Präparat enthält 99.98—100 % Jod.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

1 g Jod soll beim vorsichtigen Erhitzen im Porzellanschälchen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Cyan, Chlor und Brom.

0.5 g zerriebenes Jod werden mit 20 ccm Wasser geschüttelt und filtriert; 10 ccm des Filtrates werden tropfenweise mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung bis zur Entfärbung versetzt, sodann werden 1 Körnchen Ferrosulfat, 1 Tropfen Eisenchloridlösung und 2 ccm Natronlauge zugefügt und auf ca. 60° erwärmt. Auf Zusatz von 10 ccm Salzsäure (1.124) soll die Flüssigkeit sich nicht blau färben.

10 ccm des Filtrats werden mit 1 ccm Ammoniaklösung (0.96) und 5 Tropfen Silbernitratlösung versetzt und filtriert. Das Filtrat darf nach Zusatz

von 2 ccm Salpetersäure (1.153) höchstens eine opalisierende Trübung*), jedoch keinen Niederschlag geben.

3. Quantitative Bestimmung.

0.2 g Jod werden unter Zusatz von 1 g reinem Jodkalium in 50 ccm Wasser gelöst und mit $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung**) titriert.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.012697 g Jod.

Kalium bicarbonicum puriss. cryst.
Kaliumbikarbonat.

$KHCO_3$. Molekulargewicht 100.15.

Farblose, durchsichtige, rhombische Säulen oder Tafeln, welche sich in 4 Teilen Wasser lösen.

1. Prüfung auf Sulfat.

Wird die Lösung von 3 g Kaliumbikarbonat in 50 ccm Wasser und 6 ccm Salzsäure (1.124) einige Minuten lang gekocht und mit Baryumchloridlösung versetzt, so darf innerhalb 12 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgen.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 3 g Kaliumbikarbonat in 50 ccm Wasser, mit 10 ccm Salpetersäure (1.153) versetzt, darf nach Zusatz von Silbernitratlösung höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

3. Prüfung auf Nitrat.

Versetzt man die Lösung von 3 g Kaliumbikarbonat in 20 ccm Wasser und 10 ccm ver-

---

*) Das Filtrat enthält Spuren von Jodsilber gelöst; es wird deshalb stets beim Ansäuern mit Salpetersäure Opaleszenz eintreten.

**) Der Wirkungswert der $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung soll mit Kaliumbijodat kontrolliert werden.

dünnter Schwefelsäure mit einem Tropfen Indigolösung (1 : 1000), so darf nach Zusatz von 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure die Blaufärbung nicht verschwinden.

4. Prüfung auf Kieselsäure.

Die Lösung von 5 g Kaliumbikarbonat in 20 ccm Wasser und 15 ccm Salzsäure (1.124) wird auf dem Wasserbade in einer Platinschale eingedampft. Der Abdampfrückstand wird eine halbe Stunde bei 120° getrocknet und sodann in 3 ccm Salzsäure (1.124) und 25 ccm Wasser gelöst. Diese Lösung soll vollständig klar sein.

5. Prüfung auf Kalk, Tonerde und Schwermetalle.

Man versetzt die Lösung von 5 g Kaliumbikarbonat in 25 ccm Wasser und 15 ccm verdünnter Essigsäure mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und erwärmt sie eine halbe Stunde auf dem Wasserbade. Es darf keine Abscheidung von Flocken oder eines sonstigen Niederschlages eintreten. Ferner soll die schwach alkalische Flüssigkeit nach Zusatz von Ammoniumoxalatlösung und Schwefelammonium keine Veränderung zeigen.

6. Prüfung auf Phosphat.

5 g Kaliumbikarbonat werden in 50 ccm Wasser gelöst. Man versetzt die Lösung mit 50 ccm Salpetersäure (1.153) und 25 ccm Ammoniummolybdatlösung. Beim Erwärmen auf 30—40° soll innerhalb 2 Stunden Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht eintreten.

7. Prüfung auf Eisen.

Versetzt man die Lösung von 1 g Kaliumbikarbonat in 3 ccm Salzsäure (1.124) und 10 ccm Wasser mit Kaliumrhodanidlösung, so darf eine rote Färbung nicht eintreten.

8. Prüfung auf Glührückstand.

100 Teile Kaliumbikarbonat sollen nach dem Glühen 69 Teile hinterlassen.

9. Quantitative Bestimmung.

Wird 1 g Kaliumbikarbonat unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert, so sollen dazu 10 ccm Normal-Salzsäure erforderlich sein.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.10015 g Kaliumbikarbonat.

Kalium bichromicum puriss.
Kaliumbichromat.
Doppelt chromsaures Kalium.

$K_2 Cr_2 O_7$. Molekulargewicht 294.5.

Dunkelgelbrote, trikline Säulen oder Tafeln, löslich in 10 Teilen kaltem Wasser oder in etwa 1.5 Teilen siedendem Wasser, unlöslich in Alkohol. Die wässerige Lösung rötet blaues Lackmuspapier.

1. Prüfung auf Sulfat.

3 g Kaliumbichromat werden in 100 ccm Wasser gelöst, mit 30 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung versetzt. Nach 12stündigem Stehen soll keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

2. Prüfung auf Chlorid.

Man versetzt die Lösung von 1 g Kaliumbichromat in 20 ccm Wasser mit 10 ccm Salpetersäure (1.153) und erwärmt das Gemisch auf ca. 50°. Durch Zufügen von einigen Tropfen Silbernitratlösung soll innerhalb 5 Minuten keine Trübung oder Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

3. Prüfung auf Tonerde und alkalische Erden.

Die Lösung von 2 g Kaliumbichromat in 30 ccm Wasser soll nach Zusatz von 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung innerhalb 12 Stunden keinen Niederschlag abscheiden.

4. Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Kaliumbichromat in 100 ccm Wasser. 10 ccm dieser Lösung werden in einer Stöpselflasche von ca. 400 ccm Inhalt mit 2 g Kaliumjodid und 5 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.11) versetzt und mit 350 ccm ausgekochtem Wasser verdünnt. Das ausgeschiedene Jod wird mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Natriumthiosulfatlösung = 0.0049083 g Kaliumbichromat.

Kalium bijodicum puriss.
Kaliumbijodat. Saures jodsaures Kalium.

$KJO_3 . HJO_3$. Molekulargewicht 390.09.

Kleine, weisse Kristalle, welche sich in 20 Teilen kaltem Wasser klar und vollständig lösen.

Quantitative Bestimmung.

Die quantitative Bestimmung kann sowohl auf azidimetrischem wie auf jodometrischem Wege ausgeführt werden.

Das für die quantitative Untersuchung bestimmte Salz ist im Wassertrockenschrank (98 °) bis zur Gewichtskonstanz zu trocknen.

1. Zur Bestimmung auf azidimetrischem Wege verwendet man ca. 3.5 g Kaliumbijodat, welche in 200 ccm Wasser gelöst werden. Die

Titration erfolgt mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge in siedender Lösung unter Anwendung von Phenolphtaleïn als Indikator.

1 ccm $^1/_5$ Normal-Kalilauge = 0.078018 g Kaliumbijodat.

2. Bestimmung auf jodometrischem Wege: Man löst 0.10—0.15 g Kaliumbijodat in 20 ccm Wasser, fügt 3 g Kaliumjodid und 5 ccm Salzsäure (1.124) zu. Sodann verdünnt man die Flüssigkeit mit 100 ccm Wasser und titriert das ausgeschiedene Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.00325075 g Kaliumbijodat.

Man kann ferner das Kaliumbijodat auf seine richtige Zusammensetzung prüfen, indem man die durch Versuch 2. ermittelte Jodmenge mit derjenigen Menge Jod vergleicht, die aus dem Kaliumbijodat durch Kaliumjodid ohne Zusatz einer Säure in Freiheit gesetzt wird.

Wie aus den unten angeführten Gleichungen zu ersehen ist, wird aus Kaliumbijodat, wenn die Umsetzung durch Kaliumjodid ohne Säurezusatz stattfindet, genau der zwölfte Teil der Jodmenge in Freiheit gesetzt, welche man erhält, falls dieselbe Menge Kaliumbijodat bei Gegenwart von Salz- oder Schwefelsäure durch Kaliumjodid zersetzt wird.

Die Ermittelung der Jodmenge, welche in Freiheit gesetzt wird, wenn die Bijodatzersetzung ohne Säurezusatz stattfindet, wird folgendermassen ausgeführt:

Die Lösung von 1 g Kaliumbijodat in 20 ccm Wasser wird mit 3 g vollständig neutralem Kaliumjodid (Kalium jodatum puriss. neutrale pro analys.) versetzt. Man verdünnt mit 100 ccm Wasser und titriert das ausgeschiedene Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung. Es ist notwendig, dass

das für diesen Versuch verwendete Wasser frei von Kohlensäure, also gut ausgekocht ist.

Die durch diesen und den unter 2. beschriebenen Versuch bestimmten Jodmengen und selbstverständlich auch die Zahl der Kubikzentimeter, die bei den Titrationen verbraucht wurden, verhalten sich, wenn man der Berechnung ein und dieselbe Menge Kaliumbijodat zugrunde legt, wie 1 : 12.

Dieser Prüfung kommt deswegen eine besondere Bedeutung zu, weil man, ohne den genauen Wirkungswert der Natriumthiosulfatlösung zu kennen, die richtige Zusammensetzung des Präparates kontrollieren kann.

Anmerkung. Der Verlauf der Bijodatzersetzung durch Kaliumjodid ohne Säurezusatz lässt sich durch folgende Gleichungen darstellen:

1. $5\,KHJ_2O_6 + 5\,KJ = 10\,KJO_3 + 5\,HJ$
2. $KHJ_2O_6 + 5\,HJ = KJO_3 + 6\,J + 3\,H_2O$
3. $6\,KHJ_2O_6 + 5\,KJ = 11\,KJO_3 + 6\,J + 3\,H_2O$

also: $1\,KHJ_2O_6 = 1\,J$.

Bei Säurezusatz vollzieht sich die Reaktion im Sinne der Gleichung:

$$KHJ_2O_6 + 10\,KJ + 11\,HCl = 11\,KCl + 6\,H_2O + 12\,J.$$

Demnach entspricht einem Molekül Bijodat die Menge von 12 Atomen Jod.

Kalium bisulfuricum puriss. cryst.

Kaliumbisulfat. Saures schwefelsaures Kalium.

$KHSO_4$. Molekulargewicht 136.21.

Farblose Kristalle, die sich in 2 Teilen Wasser lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Kaliumbisulfat in 20 ccm Wasser soll weder durch Schwefelwasserstoffwasser noch nach Zusatz von Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion durch Schwefelammonium verändert werden.

2. Prüfung auf Chlorid.

20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen auf Zusatz von Silbernitratlösung nicht getrübt werden.

3. Prüfung auf Arsen.

Die Mischung von 1 g zerriebenem Kaliumbisulfat mit 3 ccm Zinnchlorürlösung soll im Laufe einer Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.

4. Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Kaliumbisulfat in 50 ccm Wasser und titriert unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.13621 g Kaliumbisulfat.

Kalium bisulfurosum.

Kaliumbisulfit. Saures schwefligsaures Kalium.

$KHSO_3$. Molekulargewicht 120.21.

Weisses, kristallinisches, nach schwefliger Säure riechendes Pulver, welches in Wasser leicht löslich ist. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Schwermetalle und Arsen.

5 g Kaliumbisulfit werden mit 5 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure (1.84) auf dem Sandbade vollständig eingedampft. Der Rückstand wird in 20 ccm Wasser gelöst. 10 ccm dieser Lösung sollen durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden. Versetzt man 10 ccm der Lösung von Kaliumsulfat mit einer salpetersauren Lösung von molybdänsaurem Ammonium und erwärmt die Mischung auf 70—80°, so darf weder Gelbfärbung der Flüssigkeit noch Abscheidung eines gelben Niederschlages eintreten.

2. Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Kaliumbisulfit in 100 ccm ausgekochtem Wasser; von dieser Lösung lässt man aus einer Bürette unter beständigem Umschütteln in eine Mischung von 30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung und 5 ccm Salzsäure (1.124) einfliessen, bis vollständige Entfärbung eintritt.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.0060105 g Kaliumbisulfit.

Kalium bitartaricum.
Saures weinsaures Kalium. Weinstein.

$KHC_4O_6H_4$. Molekulargewicht 188.19.

Weisses, kristallinisches Pulver, in 192 Teilen kaltem oder in 20 Teilen siedendem Wasser löslich, in Alkohol hingegen unlöslich. Weinstein löst sich auch in Natronlauge und in Kaliumkarbonatlösung unter Entwicklung von Kohlensäure.

Das Präparat ist 100prozentig.

1. Prüfung auf Feuchtigkeit.

5 g Weinstein sollen beim Trocknen bei 100° keinen Gewichtsverlust erleiden.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Weinstein in 20 ccm Wasser und 5 ccm Salpetersäure (1.153) darf nach Zusatz von Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Weinstein in 20 ccm Wasser und 5 ccm Salpetersäure (1.153) soll nach Zusatz von Baryumnitratlösung innerhalb 12 Stunden keinen Niederschlag abscheiden.

4. Prüfung auf Ammoniumverbindungen.

Werden 2 g Weinstein mit 10 ccm Natronlauge erwärmt, so darf Ammoniak nicht entweichen, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

5. Prüfung auf Kalk.

1 g Weinstein wird in 5 ccm verdünnter Essigsäure und 25 ccm Wasser unter Erhitzen gelöst. Man lässt vollständig erkalten, filtriert und versetzt das Filtrat mit einigen Tropfen Ammoniumoxalatlösung. Die Flüssigkeit soll innerhalb 10 Minuten keine Trübung erleiden.

6. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 5 g Weinstein in 25 ccm Wasser und 25 ccm Ammoniaklösung (0.96) soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

7. Quantitative Bestimmung.

a) 3.7638 g Weinstein werden in 200 ccm Wasser unter Erhitzen bis zum Sieden gelöst und unter Anwendung von Phenolphtaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

Bis zum Farbenumschlag sollen 20.0 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden.

b) 3.7638 g Weinstein werden in einem Platintiegel vorsichtig eingeäschert. Nach dem Erkalten löst man den Tiegelinhalt in Wasser und titriert kalt mit Normal-Salzsäure unter Anwendung von Methylorange als Indikator. Bis zum Farbenumschlag sollen 20.0 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

Kalium bromatum puriss.
Kaliumbromid. Bromkalium.

KBr. Molekulargewicht 119.11.

Weisse, würfelförmige, glänzende, luftbeständige Kristalle, in 2 Teilen Wasser und in etwa 200 Teilen Alkohol löslich.

1. Prüfung auf Kaliumkarbonat.

   Die wässerige Lösung (1:20) sei neutral; sie bläue empfindliches rotes Lackmuspapier nicht und werde auch durch Zugabe eines Tropfens Phenolphtaleïnlösung nicht gerötet.

2. Prüfung auf bromsaures Kalium.

   Zerriebenes Kaliumbromid soll sich, auf weissem Porzellan ausgebreitet, nach Zusatz weniger Tropfen verdünnter Schwefelsäure nicht sofort gelb färben.

3. Prüfung auf Schwermetalle, Kaliumsulfat und Baryumsalz.

   Je 20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) dürfen weder durch Schwefelwasserstoffwasser noch durch Baryumnitratlösung, noch durch verdünnte Schwefelsäure verändert werden.

4. Prüfung auf Jodid.

   20 ccm der Lösung (1:20) mit 2 oder 3 Tropfen Eisenchloridlösung vermischt und alsdann mit 5 ccm Chloroform versetzt, dürfen letzteres nach dem Umschütteln nicht violett färben.

5. Prüfung auf einen zu grossen Gehalt an Kaliumchlorid.*)

   10 ccm der wässerigen Lösung des bei 100° getrockneten Kaliumbromids (3 g in 100 ccm) sollen

*) Kaliumchlorid ist fast in jedem Bromkalium, wenn auch zumeist in ganz geringen Mengen, vorhanden. Die aufgestellte Prüfungsvorschrift lässt einen Gehalt an Kaliumchlorid bis zu 1 % zu.

nach Zusatz einiger Tropfen Kaliumchromatlösung nicht mehr als 25.4 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung bis zur bleibenden Rötung verbrauchen.

Kalium bromicum puriss.

Kaliumbromat. Bromsaures Kalium.

$KBrO_3$. Molekulargewicht 167.11.

Farblose Kristalle oder kristallinisches Pulver, in 15 Teilen kaltem oder 2 Teilen siedendem Wasser löslich. Das Präparat ist 100prozentig.

1. Prüfung auf Kaliumbromid.

Werden 2 g Kaliumbromat in 20 ccm Wasser gelöst und mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.11) versetzt, so darf sich die Lösung nicht sofort gelb färben.

2. Quantitative Bestimmung.

Zu diesem Zwecke ist das Salz 24 Stunden über Schwefelsäure zu trocknen. Man löst 0.10—0.15 g Kaliumbromat in 20 ccm Wasser, fügt 3 g Kaliumjodid und 5 ccm Salzsäure (1.124) zu und titriert das in Freiheit gesetzte Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung $\doteq$ 0.00278516 g Kaliumbromat.

Kalium carbonicum puriss.

Kaliumkarbonat. Kohlensaures Kalium.

K_2CO_3. Molekulargewicht 138.3.

Weisses, körniges, alkalisch reagierendes, hygroskopisches Pulver, welches in 1 Teil Wasser löslich, in absolutem Alkohol unlöslich ist. Das Präparat enthält wenigstens 99 % kohlensaures Kalium.

1. Prüfung auf Schwermetalle.

20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen weder für sich noch nach dem Ansäuern mit Salzsäure auf Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser verändert werden.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Kaliumkarbonat in 20 ccm Wasser soll nach dem Ansäuern mit Salpetersäure durch Zusatz von Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

Werden 20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) mit Salzsäure angesäuert und sodann einige Minuten lang gekocht, so darf durch Baryumchloridlösung innerhalb 12 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgen.

4. Prüfung auf Nitrat.

Man löst 0.2 g Kaliumkarbonat in 2 ccm verdünnter Schwefelsäure und mischt diese Flüssigkeit mit 2 ccm konzentrierter Schwefelsäure. Schichtet man hierauf nach dem Abkühlen 1 ccm Ferrosulfatlösung, so soll an der Berührungsfläche der beiden Schichten kein rotbrauner Ring auftreten.

5. Prüfung auf Kaliumcyanid.

Man löst 0.5 g Ferrosulfat in 5 ccm Wasser, fügt 5 ccm einer 5prozentigen Kaliumkarbonatlösung und 1—2 Tropfen Eisenchloridlösung zu und erwärmt auf etwa 60—70 ^{0}. Versetzt man sodann das Gemisch mit Salzsäure bis zur sauren Reaktion, so darf weder eine Grünfärbung noch Abscheidung eines blaugefärbten Niederschlages eintreten.

6. Prüfung auf Sulfid, Sulfit und Thiosulfat.

Wird 1 ccm der wässerigen Lösung (1:20) in 10 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Silberlösung gegossen, so entsteht ein gelblichweisser Niederschlag, welcher beim

Erwärmen auf 60—70° nicht dunkler (grau, bräunlich bis schwarz) gefärbt werden darf.

7. Prüfung auf Phosphorsäure.

5 g Kaliumkarbonat werden in 50 ccm Wasser gelöst. Man säuert die Lösung mit 50 ccm Salpetersäure (1.153) an und versetzt sie mit 25 ccm einer Ammoniummolybdatlösung. Nach 2stündigem Stehen bei ca. 40° soll Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht erfolgt sein.

8. Prüfung auf Kieselsäure.

5 g Kaliumkarbonat werden in einer Platinschale in 20 ccm Salzsäure (1.124) und 20 ccm Wasser gelöst und zur Trockene verdampft. Der Abdampfrückstand wird eine halbe Stunde lang bei 120° getrocknet und sodann in 3 ccm Salzsäure (1.124) und 25 ccm Wasser gelöst. Diese Lösung soll vollständig klar sein.

9. Prüfung auf Tonerde und Kalk.

Man versetzt die Lösung von 5 g Kaliumkarbonat in 25 ccm Wasser und 25 ccm verdünnter Essigsäure (1.041) mit 12 ccm Ammoniaklösung (0.96) und erwärmt sie eine halbe Stunde lang auf dem Wasserbade. Es darf keine Abscheidung von Flocken oder eines sonstigen Niederschlages eintreten; ferner soll die schwach alkalische Lösung nach Zusatz von Ammoniumoxalatlösung keine Veränderung zeigen.

10. Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Kaliumkarbonat in 50 ccm Wasser, fügt 1 Tropfen Methylorange zu und titriert mit Normal-Salzsäure. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen mindestens 14.3 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.06915 g Kaliumkarbonat.

Kalium chloratum puriss.
Chlorkalium. Kaliumchlorid.

KCl. Molekulargewicht 74.6.

Farblose, würfelförmige Kristalle oder weisses Kristallpulver, in 3 Teilen kaltem Wasser, etwas leichter in siedendem Wasser löslich, unlöslich in absolutem Alkohol oder in Äther. Die wässerige Lösung reagiert neutral.

1. Prüfung auf Schwermetalle und alkalische Erden.

   Die Lösung von 3 g Kaliumchlorid in 50 ccm Wasser darf weder durch Ammoniumoxalatlösung noch durch Natriumkarbonatlösung oder Schwefelammonium verändert werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

   20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen auf Zusatz von Baryumchloridlösung und nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

Kalium chloricum puriss.
Kaliumchlorat. Chlorsaures Kalium.

$KClO_3$. Molekulargewicht 122.6.

Farblose, glänzende, blätterige Kristalle, in 16 Teilen kaltem, in 2 Teilen siedendem Wasser und in 130 Teilen Alkohol (85 %) löslich; in absolutem Alkohol und in Äther ist Kaliumchlorat so gut wie unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert neutral.

1. Prüfung auf Erdalkalien und Chlorid.

   20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 20) sollen weder durch Ammoniumoxalat- noch durch Silbernitratlösung verändert werden.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 3 g Kaliumchlorat in 30 ccm warmem Wasser soll klar sein und darf durch Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Nitrat.

1 g Kaliumchlorat soll, mit 5 ccm Natronlauge (1.3) und einem Gemisch von je 0.5 g Zinkstaub und Eisenpulver erwärmt, Ammoniak nicht entwickeln, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

4. Prüfung auf Sulfat.

20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 20) sollen auf Zusatz von Baryumchloridlösung und nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

5. Prüfung auf Arsen.

20 g Kaliumchlorat werden in einer geräumigen Porzellanschale mit 100 ccm Salzsäure (1.124) übergossen. Sobald die Chlorentwicklung nachgelassen hat, wird die Lösung auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marshschen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in Gang und bringt alsdann den Abdampfrückstand, welchen man in 50 ccm Wasser gelöst hat, in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach 2stündigem Gange darf in der Reduktionsröhre ein Anflug von Arsen nicht wahrnehmbar sein.

Kalium chromicum flavum puriss.
Kaliumchromat.

K_2CrO_4. Molekulargewicht 194.4.

Gelbe, rhombische, luftbeständige Kristalle, welche in 2 Teilen kaltem Wasser löslich, in Alkohol unlöslich sind. Die wässerige Lösung (1 : 20) zeigt gegen Lackmuspapier schwach alkalische Reaktion.

1. Prüfung auf freies Alkali.

Die Lösung von 0.1 g Kaliumchromat in 25 ccm Wasser soll auf Zusatz von einigen Tropfen Phenolphtaleïnlösung keine rote Farbe annehmen.

2. Prüfung auf Sulfat.

3 g Kaliumchromat werden in 100 ccm Wasser gelöst und mit 30 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung versetzt; nach 12stündigem Stehen soll keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

3. Prüfung auf Chlorid.

Man versetzt die Lösung von 1 g Kaliumchromat in 20 ccm Wasser mit 10 ccm Salpetersäure (1.153) und erwärmt das Gemisch auf ca. 50°. Durch Zufügen von einigen Tropfen Silbernitratlösung soll innerhalb 5 Minuten keine Trübung oder Abscheidung eintreten.

4. Prüfung auf Tonerde und alkalische Erden.

Die Lösung von 2 g Kaliumchromat in 30 ccm Wasser soll nach Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung innerhalb 12 Stunden keinen Niederschlag abscheiden.

5. Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Kaliumchromat in 100 ccm Wasser. 10 ccm dieser Lösung werden in einer Stöpsel-

flasche von ca. 400 ccm Inhalt mit 2 g Kaliumjodid und 5 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.11) versetzt und mit 350 ccm ausgekochtem Wasser verdünnt. Das ausgeschiedene Jod wird mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.00648 g K_2CrO_4.

Kalium cyanatum puriss.
Kaliumcyanid, Cyankalium.

KCN. Molekulargewicht 65.19.

Weisses, in Wasser leicht (1:2) lösliches Pulver, welches 96—98 % Cyankalium enthält. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch. Cyankalium löst sich leicht in siedendem Alkohol (65 %).

1. Prüfung auf Schwefelkalium.

   Wird die Lösung von 1 g Cyankalium in 20 ccm Wasser mit einer Lösung von Bleiazetat versetzt, so soll der entstehende Niederschlag eine rein weisse Farbe haben.

2. Prüfung auf Kaliumkarbonat, Kaliumsulfocyanid und Kaliumferrocyanid.

   Die Lösung von 1 g Cyankalium in 20 ccm Wasser soll auf Zusatz von 5 ccm Salzsäure (1.124) (Vorsicht!) nur wenig aufbrausen. Versetzt man die saure Flüssigkeit mit einem Tropfen Eisenchloridlösung, so darf weder Rötung noch Blaufärbung eintreten.

3. Prüfung auf Kaliumsulfat.

   20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen auf Zusatz von 5 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung keine Veränderung erleiden.

4. Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Cyankalium in 100 ccm Wasser. 10 ccm dieser Lösung werden mit 90 ccm Wasser verdünnt, mit einem Körnchen Natriumchlorid versetzt und mit $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung titriert, bis eine bleibende, weissliche Trübung eingetreten ist.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung = 0.013038 g Cyankalium.

Kalium ferricyanatum puriss.
Kaliumferricyanid. Rotes Blutlaugensalz.

$K_6 Fe_2 (CN)_{12}$. Molekulargewicht 659.18.

Rubinrote, glänzende Kristalle, in 2.5 Teilen kaltem und in 1.5 Teilen siedendem Wasser löslich.

1. Prüfung auf Eisenoxydulsalz.

Werden die oberflächlichen Schichten eines Kristalles zunächst mit Wasser weggewaschen, und bereitet man alsdann von dem abgewaschenen Kristall eine ca. 3prozentige, wässerige Lösung, so darf sich dieselbe nach Zusatz von einigen Tropfen einer verdünnten Eisenchloridlösung nicht blau färben.

2. Prüfung auf Sulfat.

20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 20) sollen auf Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung nach 12stündigem Stehen eine Abscheidung von Baryumsulfat nicht zeigen.

3. Prüfung auf Chlorid.

Ein Gemisch von 0.5 g gepulvertem Kaliumferricyanid und 1 g Kaliumnitrat*) wird durch Eintragen von kleinen Mengen in einen zum Glühen erhitzten Porzellantiegel verpufft. Die so erhaltene

*) Der Salpeter ist auf Chlorid und Perchlorat zu prüfen. Siehe unter Kalium nitricum puriss.

Masse wird noch einige Minuten auf freier Flamme geschmolzen und die Schmelze nach dem Erkalten mit 20 ccm Wasser behandelt. Man filtriert vom unlöslichen Rückstand ab, gibt zum Filtrat 0.5 g Kaliumnitrat und dampft es zur Trockene ein. Die trockene Masse wird in einem Porzellantiegel so lange geschmolzen, bis sie ruhig fliesst, nach dem Erkalten in 20 ccm Wasser gelöst und nach Zugabe von 3 ccm Salpetersäure (1.153) mit Silbernitratlösung versetzt. Die Flüssigkeit darf sich höchstens schwach opalisierend trüben.

Anmerkung. Über die quantitative Bestimmung von Kaliumferricyanid siehe Mohrs Lehrbuch der chemisch-analytischen Titriermethode, VII. Auflage, Seite 249.

Kalium ferrocyanatum puriss.
Kaliumferrocyanid. Gelbes Blutlaugensalz.

$K_4 Fe (CN)_6 + 3H_2O$. Molekulargewicht 422.78.

Zitronengelbe, ziemlich luftbeständige, tafelförmige Kristalle, die sich in 4 Teilen kaltem oder in 2 Teilen siedendem Wasser lösen. Kaliumferrocyanid ist in Alkohol unlöslich.

1. Prüfung auf Kaliumkarbonat.

Wird 1 g gepulvertes Kaliumferrocyanid mit verdünnter Schwefelsäure übergossen, so soll eine Gasentwicklung nicht stattfinden.

2. Prüfung auf Sulfat.

Wird die Lösung von 1 g Kaliumferrocyanid in 20 ccm Wasser mit 1 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung versetzt, so soll nicht sogleich Trübung eintreten.

3. Prüfung auf Chlorid.

Ein Gemisch von 0.5 g gepulvertem Kaliumferrocyanid und 1 g Kaliumnitrat*) wird durch Eintragen von kleinen Mengen in einen zum Glühen erhitzten Porzellantiegel verpufft. Der Rückstand wird mit 20 ccm Wasser behandelt und der wässerige Auszug filtriert. Versetzt man das Filtrat mit 3 ccm Salpetersäure (1.153) und Silbernitratlösung, so darf die Flüssigkeit höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

Anmerkung. Über die quantitative Bestimmung von Kaliumferrocyanid siehe Mohrs Lehrbuch der chemisch-analytischen Titriermethode, VII. Auflage, 1896, Seite 245.

Kalium hydricum.
Kaliumhydroxyd. Ätzkali.

KOH. Molekulargewicht 56.15.

Das Kaliumhydroxyd kommt im chemischen Laboratorium in drei verschiedenen Sorten zur Verwendung, und zwar:

1. Kalium hydricum puriss.
2. Kalium hydricum pur. (alkohol. depur.)
3. Kalium hydricum depur.

Diese drei Präparate unterscheiden sich hauptsächlich durch den Gehalt an Chlorid, Sulfat, Kieselsäure und Tonerde.

1. Kalium hydricum puriss.

Weisse Stücke, welche an den Bruchflächen kristallinische Struktur zeigen. Das Präparat enthält 82—85 % Kaliumhydroxyd.

1. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 3 g Kaliumhydroxyd in 50 ccm Wasser wird mit 10 ccm Salzsäure (1.124) an-

*) Der Salpeter ist auf Chlorid und Perchlorat zu prüfen. Siehe unter Kalium nitricum puriss.

gesäuert, zum Sieden erhitzt und mit Baryumchloridlösung versetzt. Nach 12stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Kaliumhydroxyd in 20 ccm Wasser und 5 ccm Salpetersäure (1.153) darf auf Zusatz von einigen Tropfen Silbernitratlösung innerhalb einer Minute höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Nitrat.

a) Man versetzt eine Lösung von 2 g Kaliumhydroxyd in 10 ccm Wasser mit 10 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.11), 1 Tropfen Indigolösung (1 : 1000), einem Körnchen Natriumchlorid und hierauf mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure. Die blaue Färbung dieser Mischung darf innerhalb 10 Minuten nicht verschwinden.

b) 25 g Kaliumhydroxyd werden in einem Destillationskolben in 100 ccm Wasser gelöst. Zu dieser Lösung fügt man je 5 g Zinkstaub und Eisenpulver, welches durch Reduktion mit Wasserstoff erhalten wurde. Nachdem der Destillationskolben mit einem Kühler und einer Vorlage (U-Röhre), welche 3—5 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure und 10 ccm Wasser enthält, verbunden worden ist, lässt man einige Stunden stehen und destilliert sodann mit kleiner Flamme ca. 25 ccm ab. Das Destillat wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert. Zur Neutralisation des Ammoniaks sollen höchstens 0.2 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure verbraucht worden sein.

4. Prüfung auf Phosphorsäure.

Die Lösung von 5 g Kaliumhydroxyd in 50 ccm Wasser wird mit 50 ccm Salpetersäure (1.153) und hierauf mit 25 ccm einer salpetersauren Lösung von

Ammoniummolybdat versetzt. Dieses Gemisch darf nach 2stündigem Stehen bei ca. 40° keine gelbe Abscheidung zeigen.

5. Prüfung auf Kieselsäure.

5 g Kaliumhydroxyd werden in einer Platinschale in 25 ccm Wasser gelöst und mit 25 ccm Salzsäure (1.124) auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft. Der Rückstand wird eine halbe Stunde auf dem Sandbade bei ca. 120° getrocknet und hierauf in 10 ccm Salzsäure (1.124) und 90 ccm Wasser gelöst. Ein etwa unlöslicher Rückstand wird abfiltriert und ausgewaschen; derselbe betrage nach dem Glühen nicht mehr als 0.0005 g.

6. Prüfung auf Tonerde, Kalk und Schwermetalle.

5 g Kaliumhydroxyd sollen sich in 10 ccm Wasser klar und farblos lösen. Zu dieser Lösung fügt man 25 ccm verdünnte Essigsäure (1.041), sodann 10 ccm Ammoniaklösung (0.96), verdünnt mit 55 ccm Wasser, und erhitzt die Flüssigkeit auf dem Wasserbade, bis der Geruch nach Ammoniak verschwunden ist. Alsdann gibt man 2 oder 3 Tropfen Ammoniaklösung zu und lässt 12 Stunden lang stehen. Nach dieser Zeit darf sich keine oder doch nur eine äusserst geringe flockige Abscheidung gebildet haben. In letzterem Falle wird der Niederschlag abfiltriert und ausgewaschen. Das Gewicht desselben betrage nach dem Glühen höchstens 0.0005 g. Mit dem Filtrat werden folgende Prüfungen ausgeführt:

50 ccm des Filtrats versetzt man mit einigen Kubikzentimetern Ammoniumoxalatlösung. Nach 2stündigem Stehen soll keine Abscheidung von Kalziumoxalat erfolgt sein.

Zu 50 ccm Filtrat fügt man einige Tropfen Schwefelammonium, wobei keine Veränderung eintreten darf.

7. **Prüfung auf in Alkohol unlösliche Verunreinigungen (Kaliumkarbonat und andere Kalisalze).**

5 g Kaliumhydroxyd sollen sich in 25 ccm Alkohol (85 %) beim Erwärmen klar und farblos lösen.

8. **Quantitative Bestimmung und Bestimmung des Gehaltes an Kaliumkarbonat.**

Eine Lösung von 1 g Kaliumhydroxyd in 100 ccm Wasser wird unter Anwendung von Phenolphtaleïn als Indikator mit Normal-Salzsäure in der Kälte titriert. Bis zum Verschwinden der Rotfärbung sollen mindestens 14.8 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden. (Erste Titration.) Nun setzt man 1 Tropfen Methylorange zu und titriert weiter bis zum Farbenumschlag nach Rot. Bei dieser zweiten Titration sollen höchstens 0.15 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden. (2.07 % K_2CO_3.)*)

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.05615 g Kaliumhydroxyd.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.06915 g Kaliumkarbonat.

2. Kalium hydricum pur. (alcohol. depur.)

Weisse, sehr hygroskopische Stangen oder Stücke mit kristallinischem Bruch.

Das Präparat enthält mindestens 80 % Kaliumhydroxyd.

---

*) Aus den Resultaten der beiden Titrationen berechnet man den Gehalt an Kaliumhydroxyd und Kaliumkarbonat folgendermassen:

Das Resultat der zweiten Titration mit 2 multipliziert gibt die Anzahl Kubikzentimeter, welche zur Neutralisierung des ursprünglich vorhandenen Kaliumkarbonats notwendig waren.

Werden von der Anzahl Kubikzentimeter, die bei der ersten Titration verbraucht wurden, die Anzahl Kubikzentimeter subtrahiert, welche bei der zweiten Titration nötig waren, so ergibt der Rest diejenige Menge Kubikzentimeter, welche zur Neutralisierung des Kaliumhydroxyds erforderlich waren.

1. Prüfung auf Sulfat und Nitrat.

Wird ausgeführt wie bei Kalium hydricum puriss. beschrieben wurde.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Kaliumhydroxyd in 20 ccm Wasser und 5 ccm Salpetersäure (1.153) darf auf Zusatz von einigen Tropfen Silbernitratlösung nur opalisieren, aber keinen Niederschlag zeigen.

3. Prüfung auf Kieselsäure.

5 g Kaliumhydroxyd werden in einer Platinschale in 25 ccm Wasser gelöst und mit 25 ccm Salzsäure (1.124) auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft. Der Rückstand wird eine halbe Stunde auf dem Sandbade bei ca. 120° getrocknet und hierauf in 10 ccm Salzsäure (1.124) und 90 ccm Wasser gelöst. Ein etwa unlöslicher Rückstand wird abfiltriert und ausgewaschen; derselbe betrage nach dem Glühen nicht mehr als 0.0025 g.

4. Prüfung auf Tonerde, Kalk und Schwermetalle.

5 g Kaliumhydroxyd sollen sich in 20 ccm Wasser klar und farblos lösen. Diese Lösung wird auf 100 ccm verdünnt, mit 25 ccm verdünnter Essigsäure (1.041) und darauf mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt; es darf innerhalb 5 Minuten höchstens schwache Trübung, aber keine Abscheidung von Tonerdeflocken stattfinden und auf Zusatz von Ammoniumoxalatlösung und Schwefelammonium nicht sogleich eine Veränderung eintreten.

5. Quantitative Bestimmung und Bestimmung des Gehaltes an Kaliumkarbonat.

Eine Lösung von 1 g Kaliumhydroxyd in 100 ccm Wasser wird unter Anwendung von Phenolphtaleïn mit Normal-Salzsäure in der Kälte titriert. Bis zum Verschwinden der Rotfärbung sollen mindestens 14.5 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

Nun setzt man 1 Tropfen Methylorange zu und titriert weiter bis zum Farbenumschlag nach Rot. Bei dieser zweiten Titration sollen höchstens 0.25 ccm Normal - Salzsäure verbraucht werden. (3.45 % $K_2 CO_3$.)*)

3. Kalium hydricum depuratum.

Weisse, sehr hygroskopische Stangen oder Stücke mit kristallinischem Bruch. Das Präparat enthält mindestens 80 % Kaliumhydroxyd.

1. Prüfung auf Nitrat.

   Man versetzt eine Lösung von 2 g Kaliumhydroxyd in 10 ccm Wasser mit 10 ccm verdünnter Schwefelsäure, 1 Tropfen Indigolösung (1 : 1000), einem Körnchen Natriumchlorid und hierauf mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure. Die blaue Färbung dieser Mischung darf innerhalb 10 Minuten nicht verschwinden.

2. Prüfung auf Tonerde, Kalk und Schwermetalle.

   2.5 g Kaliumhydroxyd sollen sich in 10 ccm Wasser klar und farblos lösen. Diese Lösung wird auf 100 ccm verdünnt, mit 15 ccm verdünnter Essigsäure (1.041) und darauf mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt; es darf innerhalb 5 Minuten höchstens schwache Trübung, aber keine Abscheidung von Tonerdeflocken eintreten. Die so geprüfte, eventuell filtrierte Lösung soll sich auf Zusatz von Ammoniumoxalatlösung nicht sofort trüben und darf auf Zusatz von Schwefelammonium höchstens eine schwach grüne Färbung annehmen.

3. Quantitative Bestimmung und Bestimmung des Gehaltes an Kaliumkarbonat.

   Dieselben werden ausgeführt wie bei Kalium hydricum alcohol. depur. beschrieben wurde. Der Gehalt an Kaliumkarbonat soll 5 % nicht übersteigen.

---

*) Siehe Anmerkung bei Kalium hydricum puriss. auf Seite 165.

Kalium hydrosulfuratum puriss.
Kaliumsulfhydrat. Kaliumhydrosulfid.

$2\,KSH + H_2O$. Molekulargewicht 162.45.

Farblose, zerfliessliche Kristalle*), leicht löslich in Wasser und Alkohol. Die Lösungen reagieren gegen Lackmuspapier stark alkalisch. Beim Kochen wird die wässerige Lösung unter Entwickelung von Schwefelwasserstoff und Bildung von Kaliumhydroxyd zersetzt.

Prüfung auf Polysulfide.

Die Lösung von 1 g Kaliumsulfhydrat in 20 ccm Wasser sei farblos und klar. Versetzt man die Lösung mit Salzsäure bis zur sauren Reaktion, so erfolgt reichliche Entwickelung von Schwefelwasserstoffgas, wobei die Flüssigkeit schwach opalisierende Trübung erleidet. Abscheidung von Schwefel darf nicht eintreten.

Kalium jodatum puriss.
Kaliumjodid. Jodkalium.

KJ. Molekulargewicht 166.12.

Weisse, würfelförmige, an der Luft nicht feucht werdende Kristalle. Kaliumjodid löst sich in etwa 0.75 Teilen Wasser, in etwa 10—12 Teilen Alkohol (85 %) und in 40 Teilen absolutem Alkohol.

1. Prüfung auf Kaliumkarbonat.

Zerriebenes Kaliumjodid auf feuchtes, rotes Lackmuspapier gebracht, soll dieses nicht sofort violettblau färben.

Die Lösung von 0.5 g Kaliumjodid in 10 ccm Wasser soll auf Zusatz von einem Tropfen Phenolphtaleïnlösung nicht rot gefärbt werden.

---

*) Das Präparat färbt sich unter Aufnahme von Sauerstoff aus der Luft und Bildung von Polysulfid rasch gelb. Es muss daher in gut verschlossenem Glase aufbewahrt werden.

2. Prüfung auf Metalle und Sulfat.

Je 20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen weder durch Schwefelwasserstoffwasser noch durch Baryumchloridlösung verändert werden.

3. Prüfung auf Cyankalium.

Versetzt man 20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) mit einem Körnchen Ferrosulfat, 1 Tropfen Eisenchloridlösung und 5 ccm Natronlauge (1.3), erwärmt auf 50—60° und versetzt sodann mit 10 ccm Salzsäure (1.124), so darf eine Blaufärbung nicht eintreten.

4. Prüfung auf jodsaures Salz.

20 ccm der mit ausgekochtem und wieder erkaltetem Wasser frisch bereiteten Lösung (1:20) dürfen sich auf Zusatz von Stärkelösung und 2—3 Tropfen verdünnter Schwefelsäure nicht sofort blau färben.

5. Prüfung auf Nitrat.

Erwärmt man 1 g Kaliumjodid mit 5 ccm Natronlauge und einer Mischung aus je 0.5 g Zinkstaub und Eisenpulver, so darf sich Ammoniak nicht entwickeln, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

6. Prüfung auf Chlorid, Bromid und Thiosulfat.

0.2 g Kaliumjodid werden in 2 ccm Ammoniaklösung (0.96) gelöst, mit 13 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silberlösung unter Umschütteln gemischt und filtriert. Das Filtrat soll nach dem Übersättigen mit Salpetersäure innerhalb 10 Minuten weder bis zur Undurchsichtigkeit getrübt noch dunkel gefärbt werden.

Kalium jodatum puriss. neutrale.
Neutrales Kaliumjodid.

Prüfung auf neutrale Reaktion.

In einer Stöpselflasche aus weissem Glase werden 10 g neutrales Kaliumjodid in 50 ccm Wasser gelöst, mit 30 ccm Äther überschichtet und mit 3 Tropfen Jodeosinlösung versetzt. Nach kräftigem Schütteln zeigt die wässerige Schicht eine blassrote Färbung, welche auf Zusatz von 1 Tropfen $^{1}/_{10}$ Normal-Salzsäure und nachdem man neuerdings kräftig umgeschüttelt hat, verschwindet.

Sollte das Wasser, welches zum Lösen des Kaliumjodids verwendet wird, gegen Jodeosin alkalisch reagieren, so hat man dasselbe vor dem Versuch auf neutrale Reaktion einzustellen.

Die übrigen Prüfungen werden ausgeführt wie bei Kalium jodatum puriss. beschrieben wurde.

Kalium jodicum puriss.
Kaliumjodat. Jodsaures Kalium.

KJO_3. Molekulargewicht 214.12.

Weisses, kristallinisches Pulver, welches sich in 13 Teilen kaltem und 3 Teilen siedendem Wasser löst. Die wässerige Lösung soll klar sein und darf keine saure Reaktion zeigen. Das Präparat ist 100 %ig.

1. Prüfung auf freie Säure.

Man löst ca. 0.5 g Kaliumjodat in ca. 20 ccm ausgekochtem Wasser und fügt einen kleinen Kristall von neutralem Kaliumjodid und einige Tropfen frisch bereiteter Stärkelösung hinzu; die Flüssigkeit darf sich nicht sofort blau färben.

2. Prüfung auf Jodid.

2 g Kaliumjodat werden in 20 ccm Wasser gelöst, mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure und einigen Tropfen Stärkelösung versetzt; die Flüssigkeit soll sich nicht sofort blau färben.

3. Quantitative Bestimmung.

Das für die quantitative Untersuchung bestimmte Salz ist 24 Stunden über Schwefelsäure zu trocknen.

Man löst 0.10—0.15 g Kaliumjodat in 20 ccm Wasser, fügt 3 g Kaliumjodid und 5 ccm Salzsäure (1.124) zu, verdünnt mit 50 ccm Wasser und titriert das ausgeschiedene Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.0035686 g Kaliumjodat.

Kalium nitricum puriss. cryst.
Kaliumnitrat. Kalisalpeter.

KNO_3. Molekulargewicht 101.19.

Farblose, durchsichtige, luftbeständige, prismatische Kristalle oder kristallinisches Pulver, in 4 Teilen kaltem und in weniger als 0.5 Teilen siedendem Wasser löslich, in Alkohol fast unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 3 g Kaliumnitrat in 60 ccm Wasser soll auf Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung nach 12stündigem Stehen eine Abscheidung von Baryumsulfat nicht zeigen.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Kaliumnitrat in 20 ccm Wasser soll, mit 1 ccm Salpetersäure (1.153) angesäuert, durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Chlorat und Perchlorat.

Wird 1 g Kaliumnitrat schwach geglüht, der Glührückstand in 20 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit 1 ccm Salpetersäure versetzt, so darf auf Zusatz von Silbernitratlösung keine Veränderung eintreten.

4. Prüfung auf Kalk und Schwermetalle.

a) Die Lösung von 3 g Kaliumnitrat in 50 ccm Wasser soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

b) Ebenso darf die Lösung von 3 g Kaliumnitrat in 50 ccm Wasser weder durch Ammoniaklösung noch durch Ammoniumoxalatlösung oder Schwefelammonium verändert werden.

5. Prüfung auf Eisen.

20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124) durch Kaliumrhodanidlösung nicht gerötet werden.

6. Prüfung auf Nitrit.

Die Lösung von 1 g Kaliumnitrat in 20 ccm Wasser wird mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.11) und mit 1 ccm einer frisch bereiteten, farblosen Lösung von salzsaurem Metaphenylendiamin*) (0.5:100) versetzt; es darf keine gelbe oder gelbbraune Färbung eintreten.

Kalium nitrosum puriss.
Kaliumnitrit. Salpetrigsaures Kalium.

KNO_2. Molekulargewicht 85.19.

Weisse oder sehr schwach gelblich gefärbte, zähe Stangen, welche an der Luft zerfliessen und sich in Wasser sehr leicht lösen. Die wässerige Lösung reagiert

*) Sollte die Lösung von salzsaurem Metaphenylendiamin von vornherein gefärbt sein, so ist sie vor Benutzung durch Erwärmen mit ausgeglühter Tierkohle zu entfärben.

gegen Lackmuspapier alkalisch. Das Präparat enthält mindestens 90 % Kaliumnitrit.

1. Prüfung auf Schwermetalle.

20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 20) sollen auf Zusatz von einigen Tropfen Schwefelammonium keine Veränderung erleiden.

2. Prüfung auf Sulfat.

20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 20) sollen auf Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.153) und Baryumnitratlösung nicht verändert werden.

3. Quantitative Bestimmung.

10 g Kaliumnitrit werden in 1000 ccm Wasser gelöst. Von dieser Lösung lässt man aus einer Bürette langsam und unter fortwährendem Umschütteln in eine, mit 25 ccm verdünnte Schwefelsäure (1.11) versetzte und auf 40—50° erwärmte Mischung von 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung (mit Hilfe einer Bürette gemessen) mit 300 ccm Wasser einfliessen, bis die Rosafärbung eben verschwunden ist. Es ist zu bemerken, dass man gegen Ende die Nitritlösung recht langsam zusetzen muss, weil der Umschlag von Rosa in farblos einige Zeit erfordert. Dazu sollen nicht mehr als 23.7 ccm der Kaliumnitritlösung erforderlich sein.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Kaliumpermanganatlösung = 0.0042595 g Kaliumnitrit.

Kalium oxalicum neutrale puriss.
Neutrales Kaliumoxalat.

$C_2 O_4 K_2 + H_2O$. Molekulargewicht 184.31.

Rhombische Säulen, welche sich in 3 Teilen Wasser lösen.

Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. **Prüfung auf Sulfat.**
Die Lösung von 5 g Kaliumoxalat in 200 ccm Wasser wird zum Sieden erhitzt und mit 10 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung versetzt. Nach 12stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.
2. **Prüfung auf Chlorid.**
1 g Kaliumoxalat in 25 ccm Wasser gelöst, mit 10 ccm Salpetersäure (1.153) und einigen Tropfen Silbernitratlösung versetzt, darf nach dem Umschütteln keine Trübung zeigen.
3. **Prüfung auf Schwermetalle.**
Zu einer Lösung von 1 g Kaliumoxalat in 25 ccm Wasser fügt man Schwefelwasserstoffwasser. Die Lösung soll unverändert bleiben. Nachdem man die Flüssigkeit mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt hat, darf weder eine grüne Färbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.
4. **Quantitative Bestimmung.**
Etwa 3.2 g Kaliumoxalat werden in 500 ccm Wasser gelöst; man versetzt 50 ccm dieser Lösung mit 6—8 ccm konzentrierter Schwefelsäure, erwärmt die Flüssigkeit auf ca. 60° und titriert mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung.
1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung $= 0.009215$ g $C_2 O_4 K_2 + H_2O$.

Kalium perchloricum puriss.
Kaliumperchlorat. Überchlorsaures Kalium.

$K Cl O_4$. Molekulargewicht 138.6.

Wasserhelle, rhombische Säulen, in ca. 65 Teilen kaltem Wasser oder in 8 Teilen siedendem Wasser löslich, in Alkohol unlöslich.*)

*) Zum Unterschied von Kaliumchlorat wird Kaliumperchlorat weder durch konzentrierte Schwefelsäure gefärbt noch durch Salzsäure unter Chlorbildung zersetzt.

1. Prüfung auf Kalk und Chlorid.

20 ccm der heiss bereiteten, wässerigen Lösung (1:20) sollen durch Ammoniumoxalatlösung nicht verändert und durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

20 ccm der heiss bereiteten, wässerigen Lösung (1:20) sollen auf Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Nitrat.

1 g Kaliumperchlorat soll mit 5 ccm Natronlauge (1.3) und einem Gemisch von je 0.5 g Zinkstaub und Eisenpulver erwärmt, Ammoniak nicht entwickeln, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

4. Prüfung auf Sulfat.

20 ccm der heiss bereiteten, wässerigen Lösung (1:20) sollen auf Zusatz von Baryumchloridlösung keine Veränderung erleiden.

Kalium permanganicum.
Kaliumpermanganat. Übermangansaures Kalium.

$K\,Mn\,O_4$. Molekulargewicht 158.15.

1. Kalium permanganicum pur. cryst.

Dunkelviolette, fast schwarze, stahlblau glänzende Prismen, welche in 16 Teilen kaltem und in 3 Teilen siedendem Wasser löslich sind. Die wässerige Lösung (1:1000) reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Sulfat und Chlorid.

0.5 g Kaliumpermanganat sollen mit einer Mischung von 2 ccm Alkohol (85 %) und 25 ccm Wasser zum Sieden erhitzt und darauf filtriert ein farbloses Filtrat geben, welches nach Zusatz von 2 ccm

Salpetersäure (1.153) weder durch Baryumnitrat- noch durch Silbernitratlösung mehr als opalisierend getrübt werden darf.

2. Prüfung auf Nitrat.

Wird in eine auf 50—60° erhitzte Lösung von 0.5 g Kaliumpermanganat in 5 ccm Wasser allmählich 1 g kristallisierte Oxalsäure eingetragen und darauf filtriert, so soll eine Mischung aus 2 ccm des klaren, farblosen Filtrats und 2 ccm Schwefelsäure beim Überschichten mit 1 ccm Ferrosulfatlösung eine dunkelgefärbte Zone nicht bilden.

3. Prüfung auf Chlorat.

Man erhitzt 2 g Kaliumpermanganat im Platintiegel und trägt nach und nach kleine Stückchen von Paraffin ein, bis kein Verglimmen mehr stattfindet. Der erkaltete Glührückstand wird mit 20 ccm Wasser ausgelaugt, filtriert und das farblose Filtrat mit 5 ccm Salpetersäure (1.153) versetzt. Auf Zusatz von Silbernitratlösung darf die Flüssigkeit höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

4. Quantitative Bestimmung.

3.164 g Kaliumpermanganat werden in 1000 ccm Wasser gelöst. Ferner löst man 6.715 g bei 240° getrocknetes Natriumoxalat*) (siehe Natrium oxalicum puriss. nach Sörensen) in 1 Liter Wasser ($^1/_{10}$ Normal-Natriumoxalatlösung). Von der letzteren Lösung werden mit Hilfe einer Bürette 30 ccm abgemessen, mit 6—8 ccm konzentrierter Schwefelsäure versetzt und auf ca. 60° erwärmt. Sodann lässt man von der Kaliumpermanganatlösung zufliessen, bis bleibende Rotfärbung eintritt.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumoxalatlösung = 0.003164 g Kaliumpermanganat.

---

*) Die richtige Zusammensetzung des Natriumoxalats wird durch qualitative Prüfungen und durch Titration mit $^1/_5$ Normal-Salzsäure kontrolliert.

2. Kalium permanganicum puriss., schwefelsäurefrei.

Das Präparat ist ca. 100prozentig.

Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 3 g Kaliumpermanganat in 150 ccm Wasser mit 15 ccm Alkohol (85 %) bis zur vollständigen Entfärbung erhitzt, soll ein Filtrat geben, welches auf Zusatz von 2 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat geben darf.

Die übrigen Prüfungen und die quantitative Bestimmung werden ausgeführt wie bei Kalium permanganicum pur. cryst. beschrieben wurde.

Kalium rhodanatum puriss. cryst.
Kaliumrhodanid. Rhodankalium.

CNSK. Molekulargewicht 97.25.

Farblose, prismatische Kristalle, die an der Luft zerfliessen und in Wasser und Alkohol leicht löslich sind.

1. Prüfung auf in Alkohol unlösliche Verunreinigungen.

   1 g Kaliumrhodanid soll in 10 ccm siedendem, absolutem Alkohol vollständig und klar löslich sein.

2. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Kaliumrhodanid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure und Baryumchloridlösung innerhalb 5 Minuten keine Veränderung zeigen.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

   Wird 1 g Kaliumrhodanid in 20 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit einigen Tropfen Schwefelammonium versetzt, so darf weder ein Niederschlag noch eine braune oder grüne Färbung entstehen.

4. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 1 g Kaliumrhodanid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 0.5 ccm Salzsäure (1.124) vollständig farblos bleiben.

Kalium stanno-sulfuricum.
Kaliumstannosulfat. Marignac'sches Salz.

$K_2 Sn (SO_4)_2$. Molekulargewicht 389.42.

Weisse Kristalle, welche sich in verdünnter Kali- oder Natronlauge und in Salzsäure lösen.

Prüfung auf den Gehalt an Zinnoxydul.

Man löst 1 g Kaliumstannosulfat in einer Lösung von 5 g Natriumbikarbonat und 5 g Kaliumnatriumtartrat in 100 ccm Wasser und titriert die klare Flüssigkeit unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.019471 g $K_2 Sn(SO_4)_2$.

Kalium stibicum pur.*)
Saures pyroantimonsaures Kalium.

$H_2 K_2 Sb_2 O_7 + 4 H_2O$. Molekulargewicht 504.78.

Körnigkristallinisches, weisses Pulver, welches sich in kaltem Wasser schwer (1 : 250), leichter in siedendem Wasser (1 : 90) löst.

Prüfung.

Die wässerige Lösung von 1 g saurem pyroantimonsaurem Kalium in 100 ccm siedendem Wasser soll gegen Lackmuspapier neutral reagieren.

---

*) Die wässerige Lösung des sauren pyroantimonsauren Kaliums findet Verwendung als Reagenz auf Natrium. Die Lösung wird am besten unmittelbar vor dem Gebrauche durch Kochen des Salzes mit Wasser und Abfiltrieren des ungelöst gebliebenen Salzanteiles bereitet. Die auf Natrium zu prüfenden Lösungen müssen neutral oder schwach alkalisch sein.

Werden 20 ccm der wässerigen Lösung (1:100) mit einer Lösung von 1 g Kaliumchlorid in 10 ccm Wasser versetzt, so soll innerhalb 15 Minuten keine Abscheidung eintreten.

Versetzt man 20 ccm der wässerigen Lösung (1:100) mit einer Lösung von 1 g Ammoniumchlorid in 10 ccm Wasser und fügt 2 oder 3 Tropfen Ammoniaklösung (0,96) zu, so darf innerhalb 15 Minuten keine Abscheidung erfolgen.*)

Kalium sulfuratum pur.
Kaliumsulfid. Schwefelleber.

Lederbraune oder gelbgrüne Bruchstücke, welche an feuchter Luft zerfliessen und sich in 2 Teilen Wasser bis auf einen geringen Rückstand zu einer alkalisch reagierenden, gelbgrünen Flüssigkeit lösen. Die wässerige Lösung soll auf Zusatz von Essigsäure reichlich Schwefelwasserstoff entwickeln.

Kalium sulfuricum puriss. cryst.
Kaliumsulfat.

K_2SO_4. Molekulargewicht 174.36.

Weisse, harte Kristalle, welche in 10 Teilen kaltem und 4 Teilen siedendem Wasser löslich, in Alkohol aber unlöslich sind. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Chlorid, Schwermetalle (Fe, Cu), Kalk und Magnesia.

   Je 20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen weder durch Schwefelwasserstoffwasser, noch durch

---

*) Fügt man zu 20 ccm der wässerigen Lösung (1:100) eine Lösung von 1 g Ammoniumchlorid in 10 ccm Wasser, so erfolgt in wenigen Minuten reichliche, flockige Ausscheidung, wenn man den oben angegebenen Ammoniakzusatz unterlässt.

Ammoniumoxalat- oder Silbernitratlösung, noch durch Natriumphosphatlösung verändert werden.

2. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 1 g Kaliumsulfat in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure und Kaliumrhodanidlösung farblos bleiben.

Kalium tetraoxalicum puriss.
Kaliumtetraoxalat. Übersaures Kaliumoxalat.

$C_2 O_4 HK + C_2 O_4 H_2 + 2H_2O$. Molekulargewicht 254.20.

Farblose, trikline Kristalle, löslich in 55 Teilen Wasser. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

Die Prüfungen auf Chloride, Sulfate und Schwermetalle sind auszuführen, wie sie bei Kalium oxalicum neutrale beschrieben wurden.

Quantitative Bestimmung.

a) Azidimetrisch: Etwa 3.10 g Kaliumtetraoxalat werden in 500 ccm Wasser gelöst. 50 ccm dieser Lösung werden bei Anwendung von Phenolphtaleïn als Indikator unter Kochen mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm $^1/_5$ Normal-Kalilauge = 0.0169465 g Kaliumtetraoxalat.

b) Oxydimetrisch: Man versetzt 50 ccm der Lösung von 3.10 g Kaliumtetraoxalat in 500 ccm Wasser mit 6—8 ccm konzentrierter Schwefelsäure, erwärmt die Flüssigkeit auf ca. 60° und titriert mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.006355 g Kaliumtetraoxalat.

Kalium-Natrium tartaricum puriss. cryst. Tartarus natronatus. Kaliumnatriumtartrat. Seignettesalz.

$C_4 H_4 KNa O_6 + 4 H_2 O$. Molekulargewicht 282.29.

Farblose, durchsichtige Säulen, welche sich in 1.4 Teilen Wasser zu einer neutral reagierenden Flüssigkeit lösen.

1. Prüfung auf Kalk.

Wird 1 g Kaliumnatriumtartrat in 10 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit 5 ccm verdünnter Essigsäure einige Minuten geschüttelt, so scheidet sich ein kristallinischer Niederschlag ab; filtriert man von letzterem ab und verdünnt das Filtrat mit dem gleichen Volumen Wasser, so darf durch 8—10 Tropfen Ammoniumoxalatlösung innerhalb 1 Minute keine Trübung eintreten.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

Die wässerige Lösung (1 : 20) soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Chlorid und Sulfat.

Die Lösung von 1 g Kaliumnatriumtartrat in 10 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.153) weder durch Silbernitrat- noch durch Baryumnitratlösung verändert werden.

4. Prüfung auf Ammoniumverbindungen.

Wird die Lösung von 1 g Seignettesalz in 10 ccm Wasser mit 10 ccm Natronlauge (1.3) erwärmt, so darf Ammoniak nicht entweichen, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

Kassnersche Mischung.

Kassnersche Mischung ist ein Gemenge von Baryumsuperoxyd und Kaliumferricyanid, welches zur Entwickelung von Sauerstoff verwendet wird.

Die Bestandteile der Mischung werden getrennt abgegeben.

Lacmoid puriss. in lamell.
Lackmoid. Resorzinblau.

Glänzende, dunkelviolette Lamellen, löslich in Alkohol, Azeton und Äther, wenig löslich in Wasser.

Der Indikator wird bereitet, indem man 0.5 g Lackmoid in 100 ccm Alkohol (90 %) löst und die Lösung mit 100 ccm Wasser verdünnt.

Prüfung.

a) 100 ccm absoluter Alkohol werden in einer Flasche mit Glasstöpsel mit 0.20 ccm Lackmoidlösung versetzt; die blaue Farbe des Alkohols soll nach Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure in Rot umschlagen, und nach weiterem Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge muss die blaue Farbe wieder zurückkehren.

b) 100 ccm durch längeres Kochen in einer Platinschale von Kohlensäure befreites, destilliertes Wasser werden mit 0.2 ccm Lackmoidlösung versetzt; die blaue Farbe des Wassers muss nach Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure in Rot umschlagen, und nach weiterem Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge soll die blaue Farbe wieder zurückkehren.

Anmerkung. Über die Verwendung des Lackmoids zur Titration von Alkaloiden siehe Kippenberger, Zeitschrift für analytische Chemie 1900, Seite 214, und Messner, Zeitschrift für angewandte Chemie 1903, Seite 444.

Lacmus puriss.
Lackmus.

Aus verschiedenen Flechten bereiteter, besonders gereinigter Farbstoff, welcher hauptsächlich aus Erythrolithmin und Azolithmin besteht. Für die Herstellung von Lackmustinkturen sind eine grosse Zahl von Vorschriften angegeben worden, von denen mehrere in dem Buche: „Glaser, Indikatoren der Azidimetrie und Alkalimetrie" beschrieben sind. Eine sehr empfindliche Lackmustinktur wird auf folgende Weise bereitet:

Man löst 1 g Lackmus in 100 ccm heissem Wasser und setzt tropfenweise so lange reine, verdünnte Schwefelsäure zu, bis die Flüssigkeit eine rote Farbe angenommen hat. Sodann kocht man etwa 10 Minuten lang, um die Kohlensäure vollständig auszutreiben. Sollte während des Kochens die rote Farbe in Blau übergehen, so stellt man durch Zusatz von verdünnter Schwefelsäure die rote Farbe wieder her. Nun versetzt man die Flüssigkeit tropfenweise mit Barytwasser bis zur Violettfärbung, lässt absitzen und filtriert. Man bewahrt die Lackmustinktur in nicht ganz gefüllten, nur durch eine lose Kappe oder durch einen Wattepfropf gegen Staub geschützten Flaschen auf.

Prüfung.

100 ccm durch längeres Kochen in einer Platinschale von Kohlensäure befreites, destilliertes Wasser werden mit 0.2 ccm Lackmustinktur versetzt. Die violette Färbung der so erhaltenen Flüssigkeit muss auf Zusatz von 0.05 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Salzsäure in Rot oder nach Zusatz von 0.05 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Kalilauge in rein Blau umschlagen.

Liquor Ammonii caustici pur.
Ammoniaklösung.

NH_3 + Wasser. Molekulargewicht des Ammoniaks 17.06.

Die Lösung des Ammoniakgases in Wasser stellt eine klare, farblose Flüssigkeit dar, deren spezifisches Gewicht mit steigendem Gehalt an Ammoniak abnimmt. Für analytische Zwecke hält man zumeist zwei Lösungen verschiedener Konzentration bereit, von denen die eine ein spezifisches Gewicht von ca. 0.925 besitzt und ca. 20 % Ammoniak enthält, während die andere bei einem Gehalt von 10 % ein spezifisches Gewicht von 0.96 zeigt.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 5 ccm (0.925) dürfen beim Verdampfen im Wasserbade einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen. Eine Spur von Rückstand wird jedoch fast immer gefunden.

2. Prüfung auf Chloride und Pyridin.

   10 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 5 ccm (0.925), mit 30 ccm Wasser verdünnt, bleiben nach dem Übersättigen mit 20 ccm Salpetersäure (1.153) farblos. Diese Flüssigkeit darf nach Zusatz von Silbernitratlösung keine Veränderung erleiden.

3. Prüfung auf Phosphat.

   20 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 10 ccm (0.925) werden mit 40 ccm Salpetersäure (1.153) und 25 ccm Ammoniummolybdatlösung versetzt. Nach 2stündigem Stehen bei ca. 40° darf Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht erfolgt sein.

4. Prüfung auf Sulfat.

   Man versetzt 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 5 ccm (0.925) mit Essigsäure bis zur sauren Reaktion, fügt Baryumchloridlösung zu und erhitzt

zum Sieden; nach 12stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

5. Prüfung auf Schwefelwasserstoff.

Werden 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 5 ccm (0.925) mit mehreren Tropfen einer ammoniakalischen Bleiazetatlösung versetzt, so darf die Flüssigkeit weder eine gelbe oder braune Farbe annehmen, noch darf Abscheidung eines dunkelgefärbten Niederschlages eintreten.

6. Prüfung auf Basen, die vom Teer stammen (Anilin, Pyridin, Pyrrol etc.).

Die Mischung von 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 5 ccm Ammoniaklösung (0.925) und 20 ccm Salpetersäure (1.153) wird auf dem Wasserbade eingedampft. Der Abdampfrückstand soll eine rein weisse Farbe haben.

7. Prüfung auf Kalk.

Eine Mischung von 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 5 ccm Ammoniaklösung (0.925) mit 20 ccm Wasser soll durch Zusatz von Ammoniumoxalatlösung nicht verändert werden.

8. Prüfung auf Magnesia.

20 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 10 ccm (0.925) sollen nach Zusatz von Ammoniumphosphatlösung und nach 2stündigem Stehen Abscheidung eines Niederschlages nicht zeigen.

9. Prüfung auf Karbonat.

20 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 10 ccm (0.925), mit 20 ccm Kalkwasser gemischt, sollen nach dem Aufkochen höchstens sehr schwache Trübung zeigen.

10. Prüfung auf Schwermetalle.

Werden 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 2.5 ccm Ammoniaklösung (0.925) mit 20 ccm

Wasser verdünnt und sodann mit einigen Tropfen Schwefelammonium versetzt, so darf keine Veränderung eintreten.

11. Bestimmung des Gehaltes an Ammoniak.

5 g Ammoniaklösung (0.96) oder 2.5 g (0.925) werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Farbenumschlag sollen mindestens 28.2 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.01706 g NH_3.

Liquor Ammonii hydrosulfurati.
Schwefelammoniumlösung.

Die Lösung des Schwefelwasserstoffs in Ammoniaklösung stellt eine farblose oder schwach gelblich gefärbte Flüssigkeit dar, die gegen Lackmuspapier stark alkalisch reagiert.

1. Prüfung auf Arsen, Antimon und Zinn.

50 ccm Schwefelammonium sollen auf Zusatz von Salzsäure bis zur sauren Reaktion reichliche Mengen von Schwefelwasserstoff entwickeln, wobei sich kein gefärbter Niederschlag abscheiden darf.

2. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

10 ccm Schwefelammonium dürfen nach dem Verdampfen und Glühen in einer Porzellanschale keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

3. Prüfung auf Ammoniumkarbonat.

Werden 10 ccm Schwefelammonium mit 3 ccm Kalziumchloridlösung versetzt, so soll auch nach dem Erwärmen keine Fällung eintreten.

Liquor Amyli cum Zinco jodato.
Jodzinkstärkelösung.

Farblose, klare oder nur schwach opalisierende Flüssigkeit.

Prüfung.

Eine Mischung von 1 ccm Jodzinkstärkelösung und 20 ccm Wasser muss auf Zusatz von einem Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung intensiv blau gefärbt werden.

Die Jodzinkstärkelösung, mit dem 50fachen Volumen Wasser verdünnt, darf sich nach Zusatz von verdünnter Schwefelsäure durchaus nicht blau färben.

Liquor Ferri sesquichlorati.
Eisenchloridlösung.

Klare, tief gelbbraune Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.280—1.282. 100 Teile enthalten 10 Teile Eisen = 29 Teile Eisenchlorid.

Die Prüfungen werden ausgeführt wie bei Ferrum sesquichloratum cryst. beschrieben wurde, jedoch sind an Stelle von 1 g kristallisiertem Eisenchlorid 3 ccm Eisenchloridlösung zu verwenden.

Liquor Kalii acetici.
Kaliumazetatlösung.

Klare, farblose, neutrale oder höchstens schwach sauer reagierende Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.176—1.18. 100 Teile enthalten ca. 33 Teile Kaliumazetat.

1. Prüfung auf Chlorid.

5 ccm Kaliumazetatlösung sollen, mit 20 ccm Wasser verdünnt und mit 5 ccm Salpetersäure (1.153) versetzt, durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

Werden 10 ccm Kaliumazetatlösung mit 10 ccm Wasser verdünnt und mit 5 ccm Salzsäure versetzt, so darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung keine Veränderung eintreten.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

a) 15 ccm Kaliumazetatlösung sollen, mit 15 ccm Wasser verdünnt, durch Schwefelwasserstoffwasser weder gefärbt werden, noch soll eine Fällung eintreten.

b) 5 ccm Kaliumazetatlösung, mit 20 ccm Wasser verdünnt und mit 1 ccm Salzsäure versetzt, dürfen durch Kaliumrhodanidlösung nicht gerötet werden.

4. Prüfung auf Kalk.

10 ccm Kaliumazetatlösung, mit 10 ccm Wasser verdünnt, sollen nach Zusatz von Ammoniumoxalatlösung und nach 3stündigem Stehen keine Abscheidung von Kalziumoxalat zeigen.

Liquor Kalii carbonici.
Kaliumkarbonatlösung.

Klare, farblose, alkalisch reagierende Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.330—1.334. 100 Teile enthalten ungefähr 33 Teile Kaliumkarbonat.

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie bei Kalium carbonicum puriss. beschrieben wurde, jedoch sind für 1 g Kaliumkarbonat 3 ccm Kaliumkarbonatlösung zu verwenden.

Liquor Kali caustici pur.
Kalilauge.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.3, welche in 100 Teilen ca. 32 Teile Kaliumhydroxyd enthält.

Kalilauge vom spezifischen Gewicht 1.138—1.140 enthält ca. 15 % Kaliumhydroxyd.

Die Prüfungen und die quantitative Bestimmung werden ausgeführt wie bei Kalium hydricum alcohol. depur. beschrieben wurde und sollen dazu für 1 g Kalium hydricum alcohol. depur. 2.6 g = 2 ccm Kalilauge (1.3) oder 5.7 g = 5 ccm (1.138—1.140) verwendet werden.

Liquor Kalii sulfurati (5 % K_2S).

Kaliumsulfidlösung für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.

Prüfung auf Stickstoff.

100 ccm Kaliumsulfidlösung werden in einem Destillationskolben mit 50 ccm stickstoffreier Natronlauge (1.3) gemischt. Nach Zusatz von 1 g Zinkstaub destilliert man ungefähr 50 ccm ab und fängt das Destillat in einer Vorlage (U-Röhre) auf, die ca. 20 ccm Wasser und 2—3 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure enthält. Man titriert das Destillat unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge. Der Verbrauch an Kalilauge darf höchstens um 0.2 ccm geringer sein als die Menge der vorgelegten Säure.

Liquor Natri caustici.
Natronlauge.

a) N frei, 1.30.

Wasserhelle Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.3, welche in 100 Teilen ca. 27 Teile Natriumhydroxyd enthält.

Die Prüfung auf Nitrat wird ausgeführt wie bei Natrium hydricum puriss. e Natrio angegeben ist. Es sollen dazu 90 g = 70 ccm Natronlauge (1.3) verwendet werden.

b) pur. N frei, 1.30.

Die Prüfungen werden ausgeführt wie bei Natrium hydricum alcohol. depur. angegeben ist. Dazu sind anstatt 1 g Natrium hydricum alcohol. depur. 3.7 g = 2.9 ccm Liquor Natri caustici pur. N frei (1.3) zu verwenden.

c) 1.168—1.172.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.168—1.172. 100 Teile enthalten ca. 15 Teile Natriumhydroxyd.

Die Prüfungen werden ausgeführt wie bei Natrium hydricum alcohol. depur. angegeben ist. Für 1 g Natrium hydricum alcohol. depur. sind 6.5 g = 5.6 ccm Liquor Natri caustici 1.168—1.172 zu verwenden.

Liquor Natrii sulfurati (5 % Na_2S).

Natriumsulfidlösung für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.

Die Prüfung auf Stickstoff wird ausgeführt, wie bei Liquor Kalii sulfurati beschrieben wurde.

Liquor Plumbi subacetici.
Bleiessig.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.235—1.240.

Bleiessig reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch, rötet hingegen Phenolphtaleïn nicht.

Prüfung auf Kupfer und Eisen.

Werden 10 ccm Bleiessig mit 2 ccm verdünnter Essigsäure angesäuert und mit Kaliumferrocyanidlösung versetzt, so entsteht ein Niederschlag, der eine rein weisse Farbe haben soll.

Magnesium carbonicum.
Magnesiumkarbonat.

$Mg\,CO_3$. Molekulargewicht 84.36.

Weisse, leichte, lose zusammenhängende, leicht zerreibliche Massen oder weisses, lockeres Pulver. Magnesiumkarbonat ist in Wasser fast unlöslich, erteilt demselben aber schwach alkalische Reaktion.

1. Prüfung auf in Wasser lösliche Verunreinigungen.

5 g gepulvertes Magnesiumkarbonat werden in 50 ccm Wasser suspendiert. Man erhitzt zum Sieden und filtriert heiss. Werden 20 ccm des Filtrats verdampft, so darf das Gewicht des Abdampfrückstandes nicht mehr als 0.006 g betragen.

2. Prüfung auf in Salzsäure unlösliche Verunreinigungen.

1 g Magnesiumkarbonat soll sich in 10 ccm Salzsäure (1.124) und 10 ccm Wasser vollständig und farblos lösen.

3. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Magnesiumkarbonat in 5 ccm Salpetersäure (1.153) und 15 ccm Wasser soll auf Zusatz von Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

4. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Magnesiumkarbonat in 5 ccm Salzsäure (1.124) und 15 ccm Wasser soll auf Zusatz von Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Baryt.

Die Lösung von 1 g Magnesiumkarbonat in 5 ccm Salzsäure (1.124) und 15 ccm Wasser soll durch verdünnte Schwefelsäure nicht getrübt werden.

6. Prüfung auf Kalk und Tonerde.

Die Lösung von 1 g Magnesiumkarbonat in 20 ccm verdünnter Essigsäure (1.041) und 30 ccm Wasser soll, nachdem sie aufgekocht ist, auf Zusatz von 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung innerhalb 5 Minuten nicht getrübt werden.

7. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Magnesiumkarbonat in 20 ccm verdünnter Essigsäure (1.041) und 30 ccm Wasser soll klar sein und darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

8. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 1 g Magnesiumkarbonat in 5 ccm Salzsäure (1.124) und 15 ccm Wasser soll durch 0.5 ccm Kaliumferrocyanidlösung nicht sofort gebläut werden.

Magnesium chloratum puriss.
Magnesiumchlorid.

$MgCl_2 + 6H_2O$. Molekulargewicht 203.35.

Weisse, zerfliessliche Kristalle, in ca. 0.6 Teilen kaltem oder in 0.3 Teilen heissem Wasser und in 5 Teilen Alkohol (85 %) löslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf in Alkohol unlösliche Verunreinigungen.

   2 g Magnesiumchlorid sollen sich in 10 ccm Alkohol (85 %) klar und vollständig lösen.

2. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Magnesiumchlorid in 20 ccm Wasser soll sich nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure und Baryumchloridlösung nicht trüben.

3. Prüfung auf Phosphat und Arseniat.

   Die Lösung von 3 g Magnesiumchlorid und 6 g Ammoniumchlorid in 24 ccm Wasser soll auf Zusatz von 12 ccm Ammoniaklösung (0.96) und nach 12stündigem Stehen weder eine Trübung noch einen Niederschlag zeigen.

4. Prüfung auf Ammoniumsalze.

   Werden 3 g Magnesiumchlorid mit 10 ccm Natronlauge (1.3) erwärmt, so darf kein Ammoniak entweichen, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

5. Prüfung auf Baryt.

   Die Lösung von 1 g Magnesiumchlorid in 20 ccm Wasser soll durch verdünnte Schwefelsäure nicht verändert werden.

6. Prüfung auf Schwermetalle und Kalk.

   a) Die wässerige Lösung von 1 g Magnesiumchlorid in 20 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

b) Die mit 1 g Ammoniumchlorid versetzte Lösung von 1 g Magnesiumchlorid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung weder durch Ammoniumoxalatlösung noch durch einige Tropfen Schwefelammonium verändert werden.

Magnesium oxydatum. Magnesia usta. Magnesiumoxyd. Gebrannte Magnesia.

Mg O. Molekulargewicht 40.36.

1. Magnesium oxydatum.

Weisses, leichtes, feines, in Wasser fast unlösliches Pulver.

1. Prüfung auf in Wasser lösliche Verunreinigungen.

   Man erhitzt 0.5 g Magnesiumoxyd mit 20 ccm Wasser zum Sieden und filtriert nach dem Erkalten 10 ccm der überstehenden Flüssigkeit ab. Das Filtrat darf höchstens schwach alkalisch reagieren und nach dem Verdampfen nicht mehr als 0.002 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf in Salzsäure unlösliche Verunreinigungen.

   1 g Magnesiumoxyd soll sich in 10 ccm Salzsäure (1.124) und 10 ccm Wasser vollständig und klar lösen.

3. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 0.5 g Magnesiumoxyd in 10 ccm verdünnter Essigsäure (1.041) darf durch Baryumnitratlösung nicht sofort getrübt werden.

4. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 0.5 g Magnesiumoxyd in 10 ccm Salpetersäure (1.153) und 10 ccm Wasser soll durch Silbernitratlösung nicht mehr als opalisierend getrübt werden.



5. Prüfung auf Karbonat.

0.5 g Magnesiumoxyd werden mit 10 ccm Wasser erwärmt. Diese Mischung giesst man in 10 ccm verdünnte Essigsäure; die Auflösung soll ohne Aufbrausen erfolgen, es dürfen sich nur vereinzelte Gasbläschen zeigen.

6. Prüfung auf Baryt.

Die Lösung von 1 g Magnesiumoxyd in 10 ccm Salzsäure (1.124) und 10 ccm Wasser soll durch verdünnte Schwefelsäure nicht getrübt werden.

7. Prüfung auf Kalk.

Wird 1 g Magnesiumoxyd mit 20 ccm Wasser geschüttelt, so darf das Filtrat nach Zusatz von Ammoniumoxalatlösung innerhalb 5 Minuten nicht mehr als opalisierend getrübt werden.

8. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Magnesiumoxyd in 20 ccm verdünnter Essigsäure (1.041) soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

9. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 1 g Magnesiumoxyd in 10 ccm Salzsäure (1.124) und 10 ccm Wasser darf durch Zusatz von 0.5 ccm Kaliumferrocyanidlösung nicht sofort gebläut werden.

2. Magnesium oxydatum, schwefelsäurefrei.

Prüfung auf Sulfat.

Man löst 3 g Magnesiumoxyd in 20 ccm Salzsäure (1.124), verdünnt die Lösung auf ca. 100 ccm, erhitzt sie zum Sieden und versetzt mit Baryumchloridlösung; nach 12stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

Die übrigen Prüfungen werden ausgeführt wie bei Magnesium oxydatum beschrieben wurde.

Magnesium sulfuricum.
Magnesiumsulfat.

$MgSO_4 + 7H_2O$. Molekulargewicht 246.53.

Kleine, farblose, an der Luft kaum verwitternde, prismatische Kristalle, in 1 Teil kaltem und 0.3 Teilen siedendem Wasser löslich, in Alkohol unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Magnesiumsulfat in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 1 ccm Salpetersäure (1.153) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Phosphat und Arseniat.

   Wird ausgeführt wie bei Magnesium chloratum beschrieben wurde.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

   Ist auszuführen wie bei Magnesium chloratum beschrieben wurde.

4. Prüfung auf Eisen.

   20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure und Kaliumrhodanidlösung nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Arsen.

   Eine Mischung von 1 g zerriebenem Magnesiumsulfat und 3 ccm Zinnchlorürlösung soll im Laufe einer Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.

Magnesium Ammonium chloratum.
Magnesium-Ammoniumchlorid.

(Zur Magnesiamischung für Phosphorsäurebestimmung.)

$Mg\,Cl_2 \,.\, (NH_4)\,Cl + 6\,H_2O$. Molekulargewicht 256.87.

Rhombische Kristalle oder weisses Kristallpulver, in Wasser leicht löslich.

1. Prüfung auf Sulfat, Schwermetalle, Kalk und Baryt.

   Ist auszuführen wie bei Magnesium chloratum puriss. beschrieben wurde.

2. Prüfung auf Phosphat und Arseniat.

   Die Lösung von 5 g Magnesium-Ammoniumchlorid in 10 ccm Wasser soll auf Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und nach 12stündigem Stehen weder eine Trübung noch einen Niederschlag zeigen.

·Manganum chloratum puriss.
Manganchlorür.

$Mn\,Cl_2 + 4\,H_2O$. Molekulargewicht 197.96.

Rötliche, hygroskopische Kristalle, die in Wasser leicht (etwa 1:1) löslich sind. Manganchlorür löst sich auch in Alkohol.

1. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Manganchlorür in 10 ccm Wasser darf durch Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

2. **Prüfung auf Chlor.**

Die Lösung von 1 g Manganchlorür in 40 ccm Wasser soll nach Zusatz von 5 ccm verdünnter Schwefelsäure durch Jodzinkstärkelösung nicht sofort gebläut werden.

3. **Prüfung auf Kalk.**

20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen auf Zusatz von 2 ccm Ammoniumoxalatlösung nicht sofort getrübt werden.*)

4. **Prüfung auf Eisen, andere fremde Metalle, Salze von Magnesium und der Alkalien.**

a) Wird die Lösung von 1 g Manganchlorür in 15 ccm Wasser mit 1 ccm Salzsäure (1.124) und 3 ccm Chlorwasser versetzt und zum Sieden erhitzt, so darf dieselbe nach dem Erkalten weder auf Zusatz von Kaliumrhodanidlösung sich rot färben, noch durch überschüssiges Schwefelwasserstoffwasser eine Veränderung erleiden.

b) Fällt man aus einer Lösung von 3 g Manganchlorür in 50 ccm Wasser das Mangan mit Ammoniumkarbonatlösung (5 g Ammoniumkarbonat in 50 ccm Wasser), so darf das Filtrat nach dem Verdampfen und Glühen höchstens 0.001 g Rückstand hinterlassen.

5. **Prüfung auf Zink.**

Die Lösung von 1 g Manganchlorür und 1 g Natriumazetat in 10 ccm Wasser versetzt man mit einigen Tropfen Essigsäure und gibt Schwefelwasserstoffwasser zu. Es soll kein weisser, in Salzsäure löslicher Niederschlag entstehen.

---

*) Lässt man diese Mischung längere Zeit stehen, so scheidet sich Manganoxalat in nadelförmigen Kristallen aus.

Manganum peroxydatum.
Mangansuperoxyd. Braunstein.
Pyrolusit.

$Mn O_2$. Molekulargewicht 87.0.

Grauschwarze bis stahlgraue, derbe oder faserig strahlige Stücke von schwarzem oder grauschwarzem Strich. Das Präparat enthält ca. 90 % Mangansuperoxyd.

Quantitative Bestimmung.

Man wägt 1.0875 g des feinst gepulverten und bis zur Gewichtskonstanz bei 100° getrockneten Braunsteins ab, bringt denselben in einen mit Bunsen'schem Kautschukventil versehenen Auflösungskolben, setzt hierzu 75 ccm (in 3 Pipettenfüllungen à 25 ccm) einer Lösung von 100 g reinem, kristallisiertem Ferrosulfat und 100 ccm konzentrierter, reiner Schwefelsäure in 1000 ccm Wasser,*) verschliesst den Kolben mit dem Ventilkorke und erhitzt so lange, bis der Braunstein sich bis auf einen nicht mehr dunkel gefärbten Rückstand zersetzt hat. Während des Erkaltens muss das Ventil gut schliessen, was man am Zusammenklappen des Kautschukröhrchens sieht. Nach völligem Erkalten verdünnt man mit 200 ccm Wasser und titriert mit $^1/_2$ Normal-Kaliumpermanganatlösung, bis die schwache Rosafarbe nicht mehr sofort verschwindet, sondern wenigstens eine halbe Minute lang bestehen bleibt (spätere Entfärbung wird nicht beachtet). Die jetzt gebrauchte Menge wird von der den 75 ccm Eisenlösung entsprechenden abgezogen; von dem Reste entspricht jeder Kubikzentimeter 0.02175 g oder 2 % Mangansuperoxyd.

*) Den Titer der Ferrosulfatlösung gegenüber reiner Halbnormal-Kaliumpermanganatlösung ermittelt man mit derselben Pipette an demselben Tage.

Manganum sulfuricum puriss. cryst.
Mangansulfat. Schwefelsaures Manganoxydul.

$MnSO_4 + 4H_2O$. Molekulargewicht 223.12.

Blassrote, monokline Kristalle, welche in 0.8 Teilen Wasser löslich, in Alkohol unlöslich sind. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Mangansulfat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salpetersäure (1.153) durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Eisen, andere fremde Metalle und Salze des Magnesiums und der Alkalien.

   Wird ausgeführt wie bei Manganum chloratum puriss. beschrieben wurde.

3. Prüfung auf Zink.

   Ist auszuführen wie bei Manganum chloratum beschrieben wurde.

4. Prüfung auf Kalk.

   Die Lösung von 1 g Mangansulfat in 20 ccm Wasser soll vollständig klar sein und darf nach Zusatz von 2 ccm Ammoniumoxalatlösung nicht sofort verändert werden.*)

Metadiamidobenzolum hydrochloricum pur.
Meta-Phenylendiaminchlorhydrat.

$C_6H_4(NH_2)_2 . 2HCl$. Molekulargewicht 181.06.

Weisses oder schwach rötlich weisses, in Wasser leicht lösliches, kristallinisches Pulver.

Meta-Phenylendiaminchlorhydrat wird als Reagenz in Lösung von 5: 1000 angewendet. Sollte diese Lösung gefärbt sein, so ist sie vor Benutzung durch Erwärmen mit ausgeglühter Tierkohle zu entfärben.

---

*) Siehe Anmerkung bei Manganum chloratum.

Methylorange.
Natriumsalz der p-Dimethylamidoazobenzolsulfosäure.

$(CH_3)_2 - N - C_6 H_4 - N = N - C_6 H_4 . SO_3 Na$.
Molekulargewicht 327.24.

Orangegelbes, in Wasser leicht lösliches Pulver.

Als Indikator verwendet man eine Lösung von 0.1 g Methylorange in 100 ccm Wasser.

Prüfung auf Empfindlichkeit.

Man versetzt 100 ccm destilliertes Wasser in einem Kolben aus Jenaer Glas mit einem Tropfen der Methylorangelösung. Auf Zusatz von einem Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure soll die hellgelbe Farbe des Wassers in rosa umschlagen, und durch weiteres Zufügen von einem Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge soll die ursprüngliche Farbe wiederkehren.

α Naphthol recryst. albiss.
α Naphthol.

$C_{10} H_7 . OH$. Molekulargewicht 144.06.

Farblose, glänzende, phenolartig riechende Nadeln, welche bei 95° schmelzen. α Naphthol löst sich schwer in kaltem, leichter in warmem Wasser, leicht in Alkohol, Äther, Benzol und Chloroform.

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

   1 g α Naphthol soll, auf dem Platinblech verbrannt, keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf organische Säuren.

   Schüttelt man 1 g α Naphthol mit 100 ccm Wasser, so darf das Filtrat blaues Lackmuspapier nicht röten.

Natrium metallicum puriss.
Natrium.

Na. Atomgewicht 23.05.

Auf frischer Schnittfläche silberweisses, glänzendes Metall, welches an der Luft bald matt wird und sodann Krusten von Natriumoxyd bezw. Natriumhydroxyd und Natriumkarbonat bildet. Natrium ist bei gewöhnlicher Temperatur wachsweich, bei niederer Temperatur wird es spröde.

Prüfung auf fremde Metalle.

a) 1 g Natrium wird vom anhaftenden Petroleum durch Abwischen mit Filtrierpapier befreit und, in kleine Stückchen zerschnitten, auf 20 ccm kaltes Wasser geworfen. Die auf diese Weise erhaltene Lösung von Natriumhydroxyd soll durch Schwefelammonium nicht verändert werden.

b) Die aus 1 g Natriummetall und 20 ccm Wasser bereitete Lauge darf nach Zusatz von 10 ccm Salzsäure (1.124) durch Schwefelwasserstoffwasser keine Veränderung erleiden.

Natrium aceticum puriss. cryst.
Natriumazetat.

$CH_3 . COONa + 3 H_2O$. Molekulargewicht 136.12.

Farblose, durchsichtige, in warmer Luft verwitternde Kristalle, welche sich in 1 Teil Wasser oder in 23 Teilen kaltem und in 1 Teil siedendem Alkohol lösen.

Die Lösung von 1 g Natriumazetat in 1 ccm Wasser reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch; sie soll jedoch durch Phenolphtaleïnlösung gar nicht oder nur sehr schwach gerötet werden.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Natriumazetat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salpetersäure

(1.153) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen durch Baryumchloridlösung nicht getrübt werden.

3. Prüfung auf Schwermetalle und Kalk.

20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen weder durch Schwefelwasserstoffwasser noch durch Ammoniumoxalatlösung verändert werden.

4. Prüfung auf Eisen.

Die wässerige Lösung von 1 g Natriumazetat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure durch Kaliumrhodanidlösung nicht gerötet werden.

Natrium biboricum cryst.
Natriumtetraborat. Borax.

$Na_2 B_4 O_7 + 10 H_2O$. Molekulargewicht 382.26.

Harte, weisse Kristalle oder kristallinische Stücke, welche sich in 17 Teilen kaltem, in 0.5 Teilen siedendem Wasser und reichlich in Glyzerin lösen, in Alkohol aber unlöslich sind. Wenn Borax erhitzt wird, so bläht er sich auf, indem das Kristallwasser entweicht, und bei Rotglut schmilzt der wasserfreie Borax zu einer durchsichtigen, farblosen Masse.

Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch und färbt nach dem Ansäuern mit Salzsäure Kurkumapapier braun; diese Färbung tritt besonders beim Trocknen hervor und geht beim Besprengen mit Ammoniaklösung in grünschwarz über.

1. Natrium biboricum.

1. Prüfung auf Karbonat und Sulfat.

Die Lösung von 1 g Borax in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von Salzsäure nicht aufbrausen

und soll durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Chlorid.

20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen nach Zusatz von 3 ccm Salpetersäure (1.153) durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Borax in 50 ccm Wasser, fügt einen Tropfen Methylorange zu und titriert mit $^1/_5$ Normal-Salzsäure.

1 ccm $^1/_5$ Normal - Salzsäure = 0.038226 g $Na_2B_4O_7 + 10 H_2O$.

2. Natrium biboricum puriss. cryst.

1. Prüfung auf den richtigen Wassergehalt.*)

1 g Borax soll 0.529 g Glührückstand ergeben.

2. Prüfung auf Karbonat und Sulfat.

Die Lösung von 1 g Borax in 20 ccm Wasser darf auf Zusatz von 1 ccm Salzsäure nicht aufbrausen und soll durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Chlorid.

20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen nach Zusatz von 3 ccm Salpetersäure (1.153) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Kalk.

Die Lösung von 1 g Borax in 20 ccm Wasser soll durch Ammoniumoxalatlösung nicht getrübt werden.

---

*) Ausser diesem prismatischen Borax mit 10 Molekülen Kristallwasser gibt es noch einen Borax, welcher mit 5 Molekülen Wasser in Oktaedern kristallisiert.

5. Prüfung auf Eisen und andere Schwermetalle.

a) Die Lösung von 1 g Borax in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 2 ccm Salzsäure (1.124) durch Kaliumrhodanidlösung nicht gerötet werden.

b) 20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) mit 2 ccm Salzsäure (1.124) angesäuert, sollen durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

6. Quantitative Bestimmung.

Wird ausgeführt, wie bei Natrium biboricum beschrieben wurde.

Natrium biboricum puriss. fusum. Boraxglas. Wasserfreier Borax.

$Na_2 B_4 O_7$. Molekulargewicht 202.1.

Farblose, glasartige Stücke, welche beim Liegen an der Luft Feuchtigkeit aufnehmen und infolgedessen trübe werden.

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie sie bei Natrium biboricum puriss. cryst. beschrieben wurden, jedoch ist für 1 g kristallisierten Borax 0.5 g Natrium biboricum puriss. fusum zu verwenden.

Quantitative Bestimmung.

Wird ausgeführt, wie bei Natrium biboricum puriss. ustum angegeben ist.

Natrium biboricum puriss. ustum. Gebrannter Borax.

$Na_2 B_4 O_7$. Molekulargewicht 202.1.

Weisse, schwammige Masse oder weisses Pulver, welches mindestens 75 % wasserfreies Natriumtetraborat ($Na_2 B_4 O_7$) enthält.

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie sie bei Natrium biboricum puriss. cryst. beschrieben wurden, jedoch ist für 1 g kristallisierten Borax 0.7 g Natrium biboricum puriss. ustum zu verwenden.

Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Borax in 50 ccm Wasser, fügt 1 Tropfen Methylorange zu und titriert mit $^1/_5$ Normal-Salzsäure. Bis zum Farbenumschlag sollen mindestens 37.2 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure = 0.02021 g $Na_2 B_4 O_7$.

Natrium bicarbonicum puriss.
Natriumbikarbonat.

$NaHCO_3$. Molekulargewicht 84.05.

Weisse Kristallkrusten oder kristallinisches Pulver, in 12 Teilen Wasser löslich, in Alkohol unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier schwach alkalisch.

1. Prüfung auf Sulfat.

Wird die Lösung von 2 g Natriumbikarbonat in 30 ccm Wasser mit 10 ccm Salzsäure (1.124) versetzt und zum Sieden erhitzt, so darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung und 12stündigem Stehen eine Abscheidung von Baryumsulfat nicht erfolgt sein.

2. Prüfung auf Kieselsäure.

5 g Natriumbikarbonat werden in einer Platinschale in 15 ccm Wasser und 25 ccm Salzsäure (1.124) gelöst. Die Lösung wird auf dem Wasserbade eingedampft, der Abdampfrückstand eine halbe Stunde bei 120° getrocknet und sodann in 3 ccm Salzsäure (1.124) und 25 ccm Wasser gelöst. Diese Lösung soll vollständig klar sein.

3. Prüfung auf Chlorid, Thiosulfat und Arsen.

Die Lösung von 1 g Natriumbikarbonat in 50 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm verdünnter Essigsäure durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

4. Prüfung auf Phosphat.

2 g Natriumbikarbonat werden in 20 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit 20 ccm Salpetersäure (1.153) und 10 ccm Ammoniummolybdatlösung versetzt. Beim Erwärmen auf 30—40^0 soll innerhalb 2 Stunden Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht eintreten.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

a) Die Lösung von 3 g Natriumbikarbonat in 40 ccm Wasser und 8 ccm Salzsäure (1.124) darf auf Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser keine Veränderung erleiden; versetzt man die Flüssigkeit mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammonium, so darf weder Fällung noch Grün- oder Braunfärbung eintreten.

b) Die Lösung von 1 g Natriumbikarbonat in 15 ccm Wasser und 2 ccm Salzsäure (1.124) darf durch Kaliumrhodanidlösung nicht rot gefärbt werden.

6. Prüfung auf Kaliumsalz.

Durch ein Kobaltglas betrachtet, soll die durch Natriumbikarbonat gelb gefärbte Flamme gar nicht oder doch nur vorübergehend rot gefärbt erscheinen.

7. Prüfung auf Monokarbonat (neutrales Natriumkarbonat).

a) Die bei einer 15^0 nicht übersteigenden Temperatur bei Vermeidung von starkem Schütteln erhaltene Lösung von 1 g Natriumbikarbonat in 20 ccm Wasser soll auf Zusatz von 3 Tropfen Phenolphtaleïnlösung nicht sofort gerötet werden; jeden-

falls soll eine etwa entstehende schwache Rötung auf Zusatz von 0.2 ccm Normal-Salzsäure verschwinden.

b) 1 g des über Schwefelsäure getrockneten Natriumbikarbonats soll beim Glühen nicht mehr als 0.638 g Rückstand hinterlassen.

8. Prüfung auf Ammoniak.

1 g Natriumbikarbonat soll beim Erhitzen im Reagenzglas Ammoniak nicht entwickeln, welches mit feuchtem Kurkumapapier nachzuweisen wäre.

9. Prüfung auf Rhodanid.

Die Lösung von 1 g Natriumbikarbonat in 3 ccm Salpetersäure (1.153) und 47 ccm Wasser soll durch einen Tropfen Eisenchloridlösung nicht rötlich gefärbt werden.

10. Quantitative Bestimmung.

Wird 1 g Natriumbikarbonat unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert, so sollen dazu 11.9 ccm erforderlich sein.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.08405 g Natriumbikarbonat.

Natrium bisulfuricum puriss. cryst.
Natriumbisulfat.

Saures schwefelsaures Natrium.

$NaHSO_4 + H_2O$. Molekulargewicht 138.13.

Farblose Kristalle oder weisse, geschmolzene Stücke, welche sich in Wasser leicht lösen; die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier stark sauer.

1. Prüfung auf Schwermetalle.

Die wässerige Lösung von 1 g Natriumbisulfat in 20 ccm Wasser soll weder durch Schwefelwasserstoffwasser noch nach Zusatz von Ammoniaklösung

bis zur alkalischen Reaktion durch Schwefelammonium verändert werden.

2. Prüfung auf Chlorid.

20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen auf Zusatz von Silbernitratlösung nicht getrübt werden.

3. Prüfung auf Arsen.

Die Mischung von 1 g zerriebenem Natriumbisulfat mit 3 ccm Zinnchlorürlösung soll im Laufe einer Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.

4. Prüfung auf Kaliumsalz.

Durch ein Kobaltglas betrachtet, soll die durch Natriumbisulfat gelb gefärbte Flamme nur vorübergehend rot gefärbt erscheinen.

5. Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Natriumbisulfat in 50 ccm Wasser und titriert unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.13813 g Natriumbisulfat.

Natrium bisulfurosum puriss.
Natriumbisulfit.

Saures schwefligsaures Natrium.

$NaHSO_3$. Molekulargewicht 104.11.

Weisses, nach schwefliger Säure riechendes Pulver, welches in 4 Teilen Wasser löslich ist. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Schwermetalle und Arsen.

5 g Natriumbisulfit werden mit 5 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure (1.84) auf dem Sandbade vollständig eingedampft. Der Rückstand wird

in 20 ccm Wasser gelöst. 10 ccm dieser Lösung sollen durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden. Versetzt man 10 ccm der Lösung von Natriumsulfat mit einer salpetersauren Lösung von molybdänsaurem Ammonium und erwärmt die Mischung auf 70—80°, so darf weder Gelbfärbung der Flüssigkeit noch Abscheidung eines gelben Niederschlages eintreten.

2. Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Natriumbisulfit in 100 ccm ausgekochtem Wasser; von dieser Lösung lässt man aus einer Bürette unter beständigem Umschütteln in eine Mischung von 30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung und 5 ccm Salzsäure (1.124) einfliessen, bis vollständige Entfärbung eintritt.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.005206 g Natriumbisulfit.

Natrium bromicum puriss.
Natriumbromat. Bromsaures Natrium.

$NaBrO_3$. Molekulargewicht 151.01.

Glänzende Kristalle oder kristallinisches Pulver, löslich in 3 Teilen kaltem und etwa 1.5 Teilen siedendem Wasser.

1. Prüfung auf Natriumbromid.

Werden 2 g Natriumbromat in 20 ccm Wasser gelöst und mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure versetzt, so darf sich die Lösung nicht sofort gelb färben.

2. Quantitative Bestimmung.

Man löst 0.10—0.15 g Natriumbromat, welches zuvor 24 Stunden über Schwefelsäure getrocknet wurde, in 20 ccm Wasser, fügt 3 g Kaliumjodid und 5 ccm Salzsäure (1.124) zu und titriert das

freigewordene Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.002517 g Natriumbromat.

Natrium carbonicum.
Natriumkarbonat. Soda.

1. Natrium carbonic. chem. pur. cryst.
Kristallisiertes Natriumkarbonat.

$Na_2 CO_3 + 10H_2 O$. Molekulargewicht 286.26.

Farblose, durchscheinende, an der Luft verwitternde Kristalle, welche in 1.6 Teilen kaltem und 0.2 Teilen siedendem Wasser löslich sind. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier stark alkalisch. Natriumkarbonat ist in Alkohol unlöslich. 100 Teile kristallisiertes Natriumkarbonat enthalten 37 Teile wasserfreies Salz.

1. Prüfung auf in Wasser unlösliche Verunreinigungen.

   20 g Natriumkarbonat sollen sich in 80 ccm Wasser klar und farblos lösen.

2. Prüfung auf Natriumhydroxyd.

   In einem Messkölbchen von 100 ccm Inhalt löst man 3 g kristallisiertes Natriumkarbonat in 50 ccm Wasser, versetzt die Flüssigkeit mit einer Lösung von 6 g kristallisiertem Baryumchlorid in 30 ccm Wasser und füllt mit Wasser bis zur Marke auf. Nach tüchtigem Umschütteln filtriert man und versetzt 50 ccm des Filtrats mit Phenolphtaleïnlösung. Die Flüssigkeit darf keine rote Farbe annehmen.

3. Prüfung auf Sulfat.

   Wird die Lösung von 10 g Natriumkarbonat in 50 ccm Wasser und 10 ccm Salzsäure (1.124) einige Minuten lang gekocht und sodann mit Baryumchloridlösung versetzt, so darf nach 12stündigem

Stehen eine Abscheidung von Baryumsulfat nicht erfolgt sein.

4. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 5 g Natriumkarbonat in 50 ccm Wasser und 10 ccm Salpetersäure (1.153) darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Silikat.

Man löst 20 g kristallisiertes Natriumkarbonat in einer Platinschale in 30 ccm Salzsäure (1.124) und dampft die Lösung auf dem Wasserbade zur Trockene ein. Der Abdampfrückstand wird eine halbe Stunde bei 120 ° getrocknet und sodann in 3 ccm Salzsäure und 50 ccm Wasser gelöst. Diese Lösung soll vollständig klar sein.

6. Prüfung auf Nitrat.

Man löst 1 g Natriumkarbonat in 10 ccm verdünnter Schwefelsäure und schichtet diese Flüssigkeit auf 5 ccm einer Lösung von 0.5 g Diphenylamin in 100 ccm konzentrierter Schwefelsäure und 20 ccm Wasser. An der Berührungsfläche der beiden Schichten darf eine blaue Färbung nicht eintreten.

7. Prüfung auf Phosphat.

Die Lösung von 20 g Natriumkarbonat in 50 ccm Salpetersäure (1.153) wird mit 50 ccm einer salpetersauren Lösung von molybdänsaurem Ammonium versetzt. Diese Flüssigkeit darf nach 2—3stündigem Stehen bei ca. 40 ° keine gelbe Abscheidung zeigen.

8. Prüfung auf Kaliumsalz.

Durch ein Kobaltglas betrachtet, soll die durch Natriumkarbonat gelb gefärbte Flamme nicht oder doch nur vorübergehend rot gefärbt erscheinen.

9. Prüfung auf Ammoniumverbindungen.

Versetzt man eine Lösung von 10 g Natriumkarbonat in 50 ccm Wasser mit 1 ccm Nesslers Reagenz, so darf eine Veränderung nicht eintreten.

10. Prüfung auf Kalk und Magnesia.

Man versetzt die Lösung von 10 g Natriumkarbonat in 10 ccm Wasser und 10 ccm Salzsäure (1.124) mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung; die Flüssigkeit muss vollständig klar bleiben und darf auch durch Ammoniumphosphatlösung eine Veränderung nicht erleiden.

11. Prüfung auf Schwermetalle.

a) Die Lösung von 20 g Natriumkarbonat in 50 ccm Wasser und 20 ccm Salzsäure (1.124) soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; versetzt man sodann die Flüssigkeit mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammonium, so darf weder eine Trübung noch eine grüne Färbung eintreten.

b) Die Lösung von 10 g Natriumkarbonat in 25 ccm Wasser und 10 ccm Salzsäure (1.124) darf durch Kaliumrhodanidlösung nicht rot gefärbt werden.

12. Prüfung auf Arsen.

20 g arsenfreies, metallisches Zink werden in eine ca. 200 ccm fassende Entwickelungsflasche des Marsh'schen Apparates gebracht und die Wasserstoffentwickelung mit verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang gesetzt. Man löst 30 g Natriumkarbonat in 100 ccm verdünnter Schwefelsäure (1:5), gibt die Lösung in kleinen Mengen in den Marsh'schen Apparat und hält die langsame Gasentwickelung ca. eine halbe Stunde im Gange; nach dieser Zeit darf sich kein Arsenanflug in der Reduktionsröhre zeigen.

13. Quantitative Bestimmung.

Man löst 3 g Natriumkarbonat in 50 ccm Wasser und titriert unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.14313 g $Na_2CO_3 + 10 H_2O$.

2. Natrium carbonic. chem. pur. siccum.
Entwässertes Natriumkarbonat.

Weisses, trockenes Pulver, welches ca. 80 % Natriumkarbonat enthält.

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie sie bei Natrium carbonic. chem. pur. cryst. beschrieben wurden, jedoch ist für je 1 g kristallisiertes Natriumkarbonat 0.45 g Natrium carbonic. sicc. zu verwenden.

Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Natriumkarbonat in 50 ccm Wasser und titriert unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure. Bis zum Farbenumschlag sollen mindestens 15 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.05305 g Na_2CO_3.

3. Natrium carbonic. chem. pur. anhydricum.
Wasserfreies Natriumkarbonat.

Na_2CO_3. Molekulargewicht 106.1.

Weisses Pulver, welches 99—100prozentig ist.*)

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie sie bei Natrium carbonic. chem. pur. cryst. beschrieben wurden, jedoch wird für je 1 g kristallisiertes Natriumkarbonat 0.35 g Natrium carbonic. chem. pur. anhydricum verwendet.

Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Natriumkarbonat in 50 ccm Wasser und titriert unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure. Bis zum Farbenumschlag sollen mindestens 18.7 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.05305 g Na_2CO_3.

---

*) Natriumkarbonat, welches als Urmass für massanalytische Untersuchungen verwendet werden soll, muss 30 Minuten im Sand- oder Luftbade auf 270—300° erhitzt werden. (Siehe Lunge, Zeitschrift für angewandte Chemie 1904, Seite 231.)

Natrium chloratum.
Natriumchlorid.

Na Cl. Molekulargewicht 58.5.

1. Natrium chloratum chem. pur.

Weisse, würfelförmige Kristalle oder kristallinisches Pulver, welches sich in 2.7 Teilen Wasser löst. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Sulfat.

   3 g Natriumchlorid geben mit 20 ccm Wasser eine klare Lösung; wird dieselbe mit 80 ccm Wasser verdünnt, mit 1 ccm Salzsäure (1.124) versetzt und zum Sieden erhitzt, so darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung und nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

2. Prüfung auf alkalische Erden und Schwermetalle.

   Die zum Sieden erhitzte Lösung von 3 g Natriumchlorid in 50 ccm Wasser soll weder durch Ammoniumoxalatlösung noch durch Natriumkarbonatlösung oder Schwefelammonium verändert werden.

3. Prüfung auf Magnesia.

   Die Lösung von 3 g Natriumchlorid in 10 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumphosphatlösung nach 3stündigem Stehen keine Ausscheidung zeigen.

4. Prüfung auf Jod.

   Werden 20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) mit 1 Tropfen Eisenchloridlösung und hierauf mit Stärkelösung versetzt, so darf eine blaue Färbung nicht eintreten.

5. Prüfung auf Kaliumsalz.

   Versetzt man die Lösung von 1 g Natriumchlorid in 5 ccm Wasser mit Platinchloridlösung, so darf nach 2stündigem Stehen keine Abscheidung erfolgt sein.

6. **Prüfung auf Eisen.**

Die wässerige Lösung von 3 g Natriumchlorid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure durch Kaliumrhodanidlösung nicht gerötet werden.

7. **Prüfung auf Ammoniumsalze.**

Die Lösung von 3 g Natriumchlorid in 20 ccm Wasser darf durch Nesslers Reagenz nicht verändert werden.

8. **Quantitative Bestimmung.**

Man löst 0.2 g Natriumchlorid in 100 ccm Wasser, fügt einige Tropfen Kaliumchromatlösung hinzu und titriert mit $^{1}/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung bis zur beginnenden Abscheidung eines roten Niederschlages.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung = 0.00585 g Natriumchlorid.

2. Natrium chloratum puriss. fusum. Geschmolzenes Natriumchlorid.

Farblose, durchscheinende Stücke.

Die Prüfungen und die quantitative Bestimmung werden ausgeführt, wie bei Natrium chloratum chem. pur. beschrieben wurde.

Natrium hydricum. Natriumhydroxyd. Ätznatron.

NaOH. Molekulargewicht 40.06.

Das Natriumhydroxyd kommt im chemischen Laboratorium in drei verschiedenen Sorten zur Verwendung, und zwar:

1. Natrium hydricum puriss. e Natrio
2. Natrium hydricum pur. (alcohol. depur.)
3. Natrium hydricum depur.

Diese drei Präparate unterscheiden sich hauptsächlich durch den Gehalt an Chlorid, Sulfat, Kieselsäure und Tonerde.

1. Natrium hydricum puriss. e Natrio.

Weisse Stücke, welche an den Bruchflächen kristallinische Struktur zeigen. Das Präparat enthält 95—98 % Natriumhydroxyd.

1. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 3 g Natriumhydroxyd in 50 ccm Wasser wird mit 15 ccm Salzsäure (1.124) angesäuert, zum Sieden erhitzt und mit Baryumchloridlösung versetzt. Nach 12stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Natriumhydroxyd in 20 ccm Wasser und 10 ccm Salpetersäure (1.153) darf auf Zusatz von einigen Tropfen Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Nitrat.

a) Man versetzt eine Lösung von 2 g Natriumhydroxyd in 10 ccm Wasser mit 20 ccm verdünnter Schwefelsäure, 1 Tropfen Indigolösung (1:1000), einem Körnchen Natriumchlorid, und hierauf mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure. Die blaue Färbung dieser Mischung soll innerhalb 10 Minuten nicht verschwinden.

b) 25 g Natriumhydroxyd werden in einem Destillationskolben in 100 ccm Wasser gelöst. Zu dieser Lösung fügt man je 5 g Zinkstaub und Eisenpulver, welches durch Reduktion mit Wasserstoff erhalten wurde. Nachdem der Destillationskolben mit einem Kühler und einer Vorlage (U-Röhre), welche 3—5 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure und 10 ccm Wasser enthält, verbunden worden ist, lässt man einige Stunden stehen und destilliert sodann mit kleiner Flamme ca. 25 ccm ab. Das Destillat wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kali-

lauge titriert. Zur Neutralisation des Ammoniaks sollen höchstens 0.2 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure verbraucht worden sein.

4. Prüfung auf Kieselsäure.

5 g Natriumhydroxyd werden in einer Platinschale in 25 ccm Wasser gelöst und mit 25 ccm Salzsäure (1.124) auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft. Der Rückstand wird eine halbe Stunde auf dem Sandbade bei ca. 120° getrocknet und hierauf in 10 ccm Salzsäure (1.124) und 90 ccm Wasser gelöst. Ein etwa unlöslicher Rückstand wird abfiltriert und ausgewaschen; derselbe betrage nach dem Glühen nicht mehr als 0.0005 g.

5. Prüfung auf Tonerde, Kalk und Schwermetalle.

5 g Natriumhydroxyd sollen sich in 10 ccm Wasser klar und farblos lösen. Zu dieser Lösung fügt man 30 ccm verdünnte Essigsäure (1.041), sodann 10 ccm Ammoniaklösung (0.96), verdünnt mit 55 ccm Wasser und erhitzt die Flüssigkeit auf dem Wasserbade, bis der Geruch nach Ammoniak verschwunden ist. Sodann gibt man 2 oder 3 Tropfen Ammoniaklösung zu und lässt 12 Stunden lang stehen. Nach dieser Zeit darf sich keine oder doch nur eine äusserst geringe flockige Abscheidung gebildet haben. In letzterem Falle wird der Niederschlag abfiltriert und ausgewaschen. Das Gewicht desselben betrage nach dem Glühen höchstens 0.0005 g. Mit dem Filtrat werden folgende Prüfungen ausgeführt:

50 ccm des Filtrats versetzt man mit einigen Kubikzentimetern Ammoniumoxalatlösung. Nach 2stündigem Stehen darf eine Abscheidung von Kalziumoxalat nicht erfolgt sein.

Zu 50 ccm Filtrat fügt man einige Tropfen Schwefelammonium, wodurch eine Veränderung nicht eintreten darf.

6. Quantitative Bestimmung und Bestimmung des Gehaltes an Natriumkarbonat.

Eine Lösung von 1 g Natriumhydroxyd in 100 ccm Wasser wird unter Anwendung von Phenolphtaleïn mit Normal-Salzsäure in der Kälte titriert. Bis zum Verschwinden der Rotfärbung sollen mindestens 24 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden. Nun setzt man 1 Tropfen Methylorange zu und titriert weiter bis zum Farbenumschlag nach Rot. Bei dieser zweiten Titration sollen höchstens 0.3 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden. (3.18 % Na_2CO_3.)*)

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.04006 g Natriumhydroxyd.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.05305 g Natriumkarbonat.

2. Natrium hydricum pur. (alcohol. depur.).

Weisse, sehr hygroskopische Stangen oder Stücke mit kristallinischem Bruch. Das Präparat enthält 95—98 % Natriumhydroxyd.

1. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 3 g Natriumhydroxyd in 50 ccm Wasser wird mit 15 ccm Salzsäure (1.124) angesäuert, zum Sieden erhitzt und mit Baryumchloridlösung versetzt. Die Flüssigkeit darf nur schwache Trübung zeigen; sie soll in einem 2 cm weiten Reagenzglase noch durchsichtig sein.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Natriumhydroxyd in 20 ccm Wasser und 10 ccm Salpetersäure (1.153) darf auf Zusatz von einigen Tropfen Silbernitratlösung nur opalisieren, aber keinen Niederschlag zeigen.

---

*) Über die Berechnung des Natriumkarbonats siehe die Anmerkung bei Kalium hydricum puriss. auf Seite 165.

3. Prüfung auf Nitrat.

Wird ausgeführt wie bei Natrium hydricum puriss. e Natrio beschrieben wurde.

4. Prüfung auf Kieselsäure.

5 g Natriumhydroxyd werden in einer Platinschale in 25 ccm Wasser gelöst und mit 25 ccm Salzsäure (1.124) auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft. Der Rückstand wird auf dem Sandbade eine halbe Stunde bei ca. 120° getrocknet und hierauf in 10 ccm Salzsäure (1.124) und 90 ccm Wasser gelöst. Ein etwa unlöslicher Rückstand wird abfiltriert und ausgewaschen; derselbe betrage nach dem Glühen nicht mehr als 0.0025 g.

5. Prüfung auf Tonerde, Kalk und Schwermetalle.

5 g Natriumhydroxyd sollen sich in 20 ccm Wasser klar und farblos lösen. Diese Lösung wird auf 100 ccm verdünnt, mit 30 ccm verdünnter Essigsäure (1.041) und darauf mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt; es darf innerhalb 5 Minuten höchstens schwache Trübung, aber keine Abscheidung von Tonerdeflocken stattfinden und auf Zusatz von Ammoniumoxalatlösung und Schwefelammonium nicht sogleich eine Veränderung eintreten.

6. Quantitative Bestimmung und Bestimmung des Gehaltes an Natriumkarbonat.

Dieselben werden ausgeführt wie bei Natrium hydricum puriss. e Natrio beschrieben wurde. Der Gehalt an Natriumkarbonat soll 4 % nicht übersteigen.

3. Natrium hydricum depur.

Weisse, sehr hygroskopische Stangen oder Stücke mit kristallinischem Bruch. Das Präparat enthält 90—95 % Natriumhydroxyd.

1. Prüfung auf Nitrat.

Man versetzt die Lösung von 2 g Natriumhydroxyd in 10 ccm Wasser mit 15 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.11), 1 Tropfen Indigolösung (1:1000), einem Körnchen Natriumchlorid, und hierauf mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure. Die blaue Färbung dieser Mischung soll innerhalb 10 Minuten nicht verschwinden.

2. Prüfung auf Tonerde, Kalk und Schwermetalle.

2.5 g Natriumhydroxyd sollen sich in 10 ccm Wasser klar und farblos lösen. Diese Lösung wird auf 100 ccm verdünnt, mit 15 ccm verdünnter Essigsäure (1.041) und darauf mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt; es darf innerhalb 5 Minuten höchstens schwache Trübung, aber keine Abscheidung von Tonerdeflocken stattfinden. Die so geprüfte Lösung soll sich auf Zusatz von Ammoniumoxalatlösung nicht sofort trüben und darf nach Zusatz von Schwefelammonium höchstens eine schwach grüne Färbung annehmen.

3. Quantitative Bestimmung und Bestimmung des Gehaltes an Natriumkarbonat.

Eine Lösung von 1 g Natriumhydroxyd in 100 ccm Wasser wird unter Anwendung von Phenolphtaleïn mit Normal-Salzsäure in der Kälte titriert. Bis zum Verschwinden der Rotfärbung sollen mindestens 22.5 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden. Nun setzt man 1 Tropfen Methylorange zu und titriert weiter bis zum Farbenumschlag nach Rot. Bei dieser zweiten Titration sollen höchstens 0.5 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden. (5.30 % $Na_2 CO_3$.)*)

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.04006 g Natriumhydroxyd.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.05305 g Natriumkarbonat.

---

*) Über die Berechnung des Natriumkarbonats siehe die Anmerkung bei Kalium hydricum puriss. auf Seite 165.

Natrium hydricum cum Calce.
Natronkalk.

1. Natrium hydricum cum Calce.

Weisse, poröse Masse, entweder grob oder fein granuliert.

1. Prüfung auf zu reichlichen Gehalt an Karbonat.
   Natronkalk darf, mit verdünnter Salzsäure übergossen, nicht zu sehr brausen.

2. Prüfung auf Stickstoff.
   a) Natronkalk darf beim Glühen in einem Proberohr kein Ammoniak entwickeln, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.
   b) 50 g feingepulverter Natronkalk werden mit einem Gemisch von je 5 g Zinkstaub und Ferrum hydrogenio reductum in 200 ccm Wasser suspendiert; nachdem der ca. 500 ccm fassende Kolben mit einem Kühler und einer Vorlage, welche 2—3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure enthält, verbunden worden ist, lässt man 2—3 Stunden stehen und destilliert dann bei kleiner Flamme langsam ca. 25 ccm über. Nunmehr titriert man das Destillat unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge. Zur Neutralisation des Ammoniaks sollen nicht mehr als 0.2 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure verbraucht worden sein.

2. Natrium hydricum cum Calce aus isländischem Doppelspat.

Weisse, poröse, granulierte Masse.

1. Prüfung auf Chlorid.
   Man löst 5 g Natronkalk in 50 ccm Salpetersäure (1.153) und verdünnt die Lösung mit 100 ccm Wasser. Die Flüssigkeit darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Phosphor.

Man löst 10 g Natronkalk in 100 ccm Salpetersäure (1.153) und versetzt die Lösung mit 25 ccm einer salpetersauren Lösung von molybdänsaurem Ammonium. Nach 2—3stündigem Stehen bei ca. 40° darf sich kein gelber Niederschlag abgeschieden haben.

3. Prüfung auf Schwefel.

5 g fein gepulverter Natronkalk werden mit 2 g Natriumnitrat gut gemischt und sodann in einem Silbertiegel geglüht. Man löst den Glührückstand in 50 ccm Wasser unter Zusatz von 20 ccm Salzsäure (1.124), filtriert und versetzt das Filtrat mit Baryumchloridlösung; nach 12stündigem Stehen soll keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

Natrium hyposulfurosum puriss.

Natriumthiosulfat. Unterschwefligsaures Natrium.

$Na_2 S_2 O_3 + 5 H_2 O$. Molekulargewicht 248.3.

Farb- und geruchlose Kristalle, welche bei gewöhnlicher Temperatur luftbeständig sind. Natriumthiosulfat schmilzt bei 50° in seinem Kristallwasser und löst sich in weniger als 1 Teil kaltem Wasser. Die wässerige Lösung (1:1) reagiert gegen Lackmuspapier schwach alkalisch.

1. Prüfung auf Karbonat, Sulfat und Sulfit.

Die Lösung von 3 g Natriumthiosulfat in 50 ccm Wasser wird mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung (ca. 120 ccm) versetzt, bis die Flüssigkeit schwach gelb gefärbt ist; nach Zusatz von Baryumchloridlösung soll keine Trübung eintreten.

2. Prüfung auf freies Alkali.

Die Lösung von 1 g Natriumthiosulfat in 10 ccm Wasser soll durch Phenolphtaleïn nicht gerötet werden.

3. **Prüfung auf Sulfid.**

Die wässerige Lösung von 1 g Natriumthiosulfat in 10 ccm Wasser soll durch Zinksulfatlösung nicht verändert werden.

4. **Prüfung auf Kalk.**

Die Lösung von 1 g Natriumthiosulfat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von Ammoniaklösung durch Ammoniumoxalatlösung nicht getrübt werden.

5. **Quantitative Bestimmung.**

Man löst 1 g Natriumthiosulfat in 100 ccm Wasser und titriert unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Jodlösung = 0.02483 g $Na_2 S_2 O_3 + 5 H_2 O$.

Natrium nitricum puriss.
Natriumnitrat. Natronsalpeter.

$Na N O_3$. Molekulargewicht 85.09.

Farblose, durchsichtige, rhomboëdrische Kristalle, in 1.2 Teilen Wasser und in 50 Teilen Alkohol löslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. **Prüfung auf Sulfat.**

Die Lösung von 3 g Natriumnitrat in 60 ccm Wasser soll auf Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124) und Baryumchloridlösung nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

2. **Prüfung auf Chlorid.**

Die Lösung von 1 g Natriumnitrat in 20 ccm Wasser mit einigen Tropfen Salpetersäure (1.153) angesäuert, soll durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

3. **Prüfung auf Chlorat und Perchlorat.**

Wird 1 g Natriumnitrat schwach geglüht, der Glührückstand in 20 ccm Wasser gelöst und die

Lösung mit 1 ccm Salpetersäure (1.153) versetzt, so darf auf Zusatz von Silbernitratlösung keine Veränderung eintreten.

4. Prüfung auf Kalk und Schwermetalle.
   a) Die Lösung von 3 g Natriumnitrat in 50 ccm Wasser soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.
   b) Ferner darf die Lösung von 3 g Natriumnitrat in 50 ccm Wasser weder durch Ammoniaklösung noch durch Ammoniumoxalatlösung oder Schwefelammonium verändert werden.

5. Prüfung auf Eisen.
   20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124) durch Kaliumrhodanidlösung nicht gerötet werden.

6. Prüfung auf Nitrit.
   Die Lösung von 1 g Natriumnitrat in 20 ccm Wasser wird mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure und mit 1 ccm einer frisch bereiteten, farblosen Lösung von salzsaurem Metaphenylendiamin*) (0.5:100) versetzt; es darf keine gelbe oder gelbbraune Färbung eintreten.

7. Prüfung auf Jodat und Nitrit.
   5 ccm der wässerigen Lösung (1:20) mit 3 oder 4 Tropfen verdünnter Schwefelsäure und Jodzinkstärkelösung versetzt, dürfen nicht sofort blau gefärbt werden.

8. Prüfung auf Kaliumsalz.
   a) Durch ein Kobaltglas betrachtet, soll die durch Natriumnitrat gelb gefärbte Flamme gar nicht, oder doch nur vorübergehend rot gefärbt erscheinen.

---

*) Sollte die Lösung von salzsaurem Metaphenylendiamin von vornherein gefärbt sein, so ist sie vor Benutzung durch Erwärmen mit ausgeglühter Tierkohle zu entfärben.

b) Man löst 3 g Natriumnitrat unter Erwärmen in 6 ccm Wasser und fügt zu 3 ccm der filtrierten Lösung 1 oder 2 Tropfen einer essigsauren Lösung von Kobalt-Natriumnitrit.*) Die Flüssigkeit darf sich nicht trüben, und nach 2stündigem Stehen bei ca. 50° soll Abscheidung eines gelb gefärbten Niederschlages nicht erfolgt sein.

Natrium nitroprussicum cryst.
Nitroprussidnatrium.

$Na_4 Fe_2 (CN)_{10} (NO)_2 + 4 H_2O$. Molekulargewicht 596.54.

Rubinrote, durchsichtige Kristalle, welche in 2.5 Teilen Wasser klar löslich sind. Nitroprussidnatrium löst sich auch in Alkohol.

Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Nitroprussidnatrium in 50 ccm Wasser soll nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124) durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

Natrium nitrosum.
Natriumnitrit. Salpetrigsaures Natrium.

$Na NO_2$. Molekulargewicht 69.09.

1. Natrium nitrosum puriss. in bacill.

Weisse oder sehr schwach gelblich gefärbte, zähe Stängelchen, die sich in Wasser leicht und klar lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier schwach alkalisch.

Das Präparat enthält 98—99 % Natriumnitrit.

---

*) Die essigsaure Lösung von Kobalt-Natriumnitrit zur Prüfung auf Kaliumsalz wird in folgender Weise bereitet: Zu einer Lösung von 10 g kristallisiertem essigsaurem Kobalt in 25 ccm Wasser fügt man eine Lösung von 20 g reinem, salpetrigsaurem Natrium in 40 bis 50 ccm Wasser, welches zuvor mit wenig Essigsäure angesäuert wurde. Nach 2stündigem Stehen bei ca. 50° filtriert man das Reagenz.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Natriumnitrit in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.153) durch Silbernitratlösung nicht mehr als opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen auf Zusatz von 5 ccm Salpetersäure und Baryumnitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Kaliumsalz.

Durch ein Kobaltglas betrachtet, soll die durch Natriumnitrit gelb gefärbte Flamme gar nicht, oder doch nur vorübergehend rot gefärbt erscheinen.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen durch einige Tropfen Schwefelammonium nicht verändert werden.

5. Quantitative Bestimmung.

1 g Natriumnitrit wird in 100 ccm Wasser gelöst. Von dieser Lösung lässt man aus einer Bürette langsam und unter fortwährendem Umschütteln in eine mit 25 ccm verdünnter Schwefelsäure versetzte und auf 40—50° erwärmte Mischung von 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung (mit Hilfe einer Bürette gemessen) mit 300 ccm Wasser einfliessen, bis die Rosafärbung eben verschwunden ist. Es ist zu bemerken, dass man gegen Ende die Nitritlösung recht langsam zusetzen muss, weil der Umschlag von Rosa in Farblos stets einige Zeit erfordert. Dazu sollen nicht mehr als 17.6 ccm der Natriumnitritlösung erforderlich sein.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Kaliumpermanganatlösung = 0.0034545 g Natriumnitrit.

2. Natrium nitrosum puriss. in bacill. ganz kalifrei.

Prüfung auf Kaliumsalz.

Zu einer Lösung von 5 g kristallisiertem, essigsaurem Kobalt in 12 ccm Wasser fügt man eine Lösung von 10 g Natriumnitrit in 20 ccm Wasser, welches mit 2 ccm verdünnter Essigsäure angesäuert wurde. Man verdünnt die Flüssigkeit mit 25 ccm Wasser und lässt sie bei 40—50 ° 24 Stunden lang stehen. Nach dieser Zeit darf kein gelbgefärbter Niederschlag entstanden sein.

Die übrigen Prüfungen und die quantitative Bestimmung werden ausgeführt, wie sie bei Natrium nitrosum puriss. beschrieben wurden.

Natrium oxalicum puriss. nach Sörensen. Natriumoxalat.

$C_2 O_4 Na_2$. Molekulargewicht 134.1.

Weisses Kristallpulver, löslich in 31 Teilen kaltem und in 16 Teilen siedendem Wasser.

Natriumoxalat, welches in der Azidimetrie und Oxydimetrie als Urmass Verwendung findet, wird durch Fällung mit Alkohol erhalten und bei 240 ° getrocknet. Das Präparat ist 100prozentig.

1. Prüfung auf hygroskopische Feuchtigkeit.*)

   10 g Natriumoxalat dürfen beim Trocknen im Wassertrockenschrank während 24 Stunden nicht mehr als 0.001 g verlieren.

2. Prüfung auf Natriumkarbonat bezw. saures Natriumoxalat.

   In einem konischen Kolben von Jenaer Glas werden etwa 250 ccm Wasser und 10 Tropfen Phenolphtaleïnlösung (0.5 g Phenolphtaleïn in 50 ccm Alkohol und 50 ccm Wasser gelöst) unter

*) Die Prüfungen sind der Originalabhandlung von Sörensen, Zeitschrift für analytische Chemie 1903, S. 512, entnommen.

Zuleitung von reiner, kohlensäurefreier Luft bis auf etwa 180 ccm eingedampft und nach dem Abkühlen auf gewöhnliche Temperatur 5 g Natriumoxalat zugesetzt. Durch vorsichtiges Schütteln unter stetiger Zuleitung von reiner Luft geht das Oxalat, wenngleich langsam, in Lösung. Die Lösung darf, wenn sie rot gefärbt ist, nicht mehr als höchstens 4 Tropfen $^1/_{10}$ Normalsäure verbrauchen, um farblos zu werden, während eine ursprünglich farblose Lösung mit höchstens 2 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Natronlauge eine deutliche, rote Färbung annehmen muss.

3. Prüfung auf Chlorid und Sulfat.

10 g Natriumoxalat werden in einem Platintiegel, am besten mit Hilfe einer Spirituslampe (Leuchtgas ist schwefelhaltig) zersetzt; das gebildete Karbonat wird in Salpetersäure (1.153) gelöst und die Lösung von der Kohle abfiltriert. In der einen Hälfte des Filtrats darf durch Silbernitratlösung keine Salzsäure, in der anderen Hälfte durch Baryumnitratlösung keine Schwefelsäure nachweisbar sein.

4. Prüfung auf Eisen und Kalium.

10 g Natriumoxalat werden in einem Platintiegel durch Glühen zersetzt, und jede Spur von Kohle wird durch die Glasgebläselampe weggeglüht. Der Rest muss, mit warmem Wasser in einer Platinschale behandelt, vollständig löslich sein, höchstens darf eine kaum wägbare Spur von Eisenoxyd ungelöst bleiben. Die, wenn nötig, filtrierte Lösung wird mit möglichst eisenfreier Salzsäure übersättigt, sodann in einer Platinschale auf dem Wasserbade eingedampft und der Rückstand 2 Stunden im Trockenschrank bei 120° stehen gelassen. Hiernach muss der Rückstand in Wasser klar löslich sein, und die Lösung darf

a) mit Kaliumrhodanidlösung nur eine Spur von Eisen erkennen lassen,
b) mit Natriumkobaltinitritlösung keine Reaktion auf Kalium geben.

5. **Prüfung auf organische Verunreinigungen.**

In einem reinen, gut ausgeglühten Reagenzglas wird 1 g Natriumoxalat mit 10 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure erst schwach, so lange Gasentwicklung stattfindet, dann stärker, bis zum beginnenden Verdampfen der Schwefelsäure, erwärmt. Nach dem Abkühlen wird die Farbe der Schwefelsäure mit der Farbe anderer 10 ccm der Schwefelsäure, die auf dieselbe Weise, nur ohne Natriumoxalatzusatz, behandelt worden sind, verglichen. Das Natriumoxalat darf auf diese Weise der Schwefelsäure nur einen äusserst schwachen, bräunlichen Farbenton geben.

6. **Quantitative Bestimmung.**

0.4—0.5 g des bei 100° bis zur Gewichtskonstanz getrockneten Natriumoxalats werden in einem Platintiegel mit aufgelegtem Deckel vorsichtig erhitzt. Um eine Fehlerquelle, die durch den Schwefelgehalt des Leuchtgases bedingt wird, zu umgehen, verwende man zum Halten des Tiegels eine Asbestplatte, die ein kreisrundes Loch besitzt, oder man benütze eine Berzelius-Spirituslampe.

Die Überführung des Oxalats in Karbonat ist in $^1/_4$—$^1/_2$ Stunde beendet, und man verbrennt sodann die vorhandene Kohle durch stärkeres Erhitzen bei halb bedecktem Tiegel. Nach dem Erkalten löst man den Tiegelinhalt in Wasser und titriert in der Kälte mit $^1/_5$ Normal-Salzsäure unter Anwendung von Methylorange als Indikator.

1 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure = 0.01341 g Natriumoxalat.

Literatur: Sörensen, Zeitschrift für analytische Chemie 1897, S. 639, 1903, S. 333, 1903, S. 512 und 1905, S. 156.
Lunge, Zeitschrift für angewandte Chemie 1904, S. 230 und 1904, S. 269.

Natrium peroxydatum.
Natriumsuperoxyd.

$Na_2 O_2$. Molekulargewicht 78.10.

Hellgelbes, in Wasser unter lebhafter Entwickelung von Sauerstoff und starker Temperaturerhöhung sehr leicht lösliches Pulver. Beim vorsichtigen Eintragen von Natriumsuperoxyd in abgekühlte, verdünnte Mineralsäuren entsteht Wasserstoffsuperoxyd. Das Präparat enthält mindestens 95 % Natriumsuperoxyd.

1. Prüfung auf Sulfat.

5 g Natriumsuperoxyd werden in kleinen Mengen in eine Mischung von 25 ccm Salzsäure (1.124) und 100 ccm Wasser eingetragen. Die klare Lösung darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung und nach 12stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

2. Prüfung auf Halogene.

3 g Natriumsuperoxyd werden in kleinen Mengen in eine Mischung von 20 ccm Salpetersäure (1.153) und 100 ccm Wasser eingetragen. Die klare Flüssigkeit darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Phosphat.

Man trägt 2.5 g Natriumsuperoxyd in kleinen Mengen in eine Mischung von 20 ccm Salpetersäure (1.153) und 100 ccm Wasser ein. Nach Zusatz von 25 ccm einer salpetersauren Lösung von Ammoniummolybdat soll beim Erwärmen auf 30—40° innerhalb 2 Stunden keine Abscheidung eines gelben Niederschlages eintreten.

4. Prüfung auf Stickstoff.

1 g Natriumsuperoxyd wird in einem geräumigen Nickeltiegel mit 0.2 g reinem Traubenzucker unter grosser Vorsicht gemischt. Man bringt die Mischung

zum Verpuffen, indem man den Boden des bedeckten Tiegels schwach erhitzt. Der erkaltete Verpuffungsrückstand wird in 5 ccm Wasser gelöst und mit 10 ccm verdünnter Schwefelsäure angesäuert. Schichtet man einige Kubikzentimeter dieser Flüssigkeit über 5 ccm Diphenylaminlösung (siehe Diphenylamin) so darf an der Berührungsfläche der beiden Flüssigkeitsschichten keine Blaufärbung eintreten.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

5 g Natriumsuperoxyd sollen sich beim vorsichtigen Eintragen in 100 ccm Wasser völlig klar und fast farblos lösen.

40 ccm dieser Lösung dürfen nach Zusatz von 10 ccm Salzsäure (1.124) durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

40 ccm der alkalischen Lösung sollen durch einige Tropfen Schwefelammoniumlösung keine Fällung erleiden; ferner darf die Flüssigkeit weder eine braune noch eine grüne Färbung annehmen.

6. Quantitative Bestimmung.

Die Wertbestimmung des Natriumsuperoxyds geschieht am einfachsten, indem man dasselbe unter Anwendung von Kobaltnitrat als Katalysator im Anhängefläschchen des Lunge'schen Gasvolumeters*) zersetzt und die Menge des entwickelten Sauerstoffs misst.

Man bringt 0.5 g Natriumsuperoxyd in einem kleinen Wägegläschen in den äusseren Raum des Zersetzungsgefässes und eine Mischung von 15 ccm verdünnter Schwefelsäure und 2 oder 3 Tropfen einer gesättigten Kobaltnitratlösung in den inneren Raum des Anhängefläschchens. Durch Neigen des Fläschchens lässt man die Flüssigkeit zum Natrium-

*) Lunge, Chemisch-Technische Untersuchungsmethoden 1904, Band I, Seite 158.

superoxyd fliessen und bewirkt damit die Zersetzung des letzteren.

1 ccm Sauerstoff von 0° und 760 mm Druck = 0.006964 g Natriumsuperoxyd.

Natrium phosphoricum puriss. cryst.
Natriumphosphat (sekundäres).

$Na_2 HP O_4 + 12 H_2O$. Molekulargewicht 358.3.

Farblose, durchscheinende, an trockener Luft verwitternde Kristalle, die sich in 6 Teilen Wasser lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch.

1. Prüfung auf Karbonat und Sulfat.

   20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) dürfen beim Zufügen von 1 ccm Salzsäure (1.124) nicht aufbrausen und durch Baryumchloridlösung nach 3stündigem Stehen nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Natriumphosphat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 2 ccm Salpetersäure (1.153) durch Silbernitratlösung höchstens sehr schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Nitrat.

   Eine Lösung von 2 g Natriumphosphat in 10 ccm Wasser versetzt man mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure, 1 Tropfen Indigolösung (1:1000), 1 Körnchen Natriumchlorid und sodann mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf innerhalb 10 Minuten nicht verschwinden.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

   Die Lösung von 2 g Natriumphosphat in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure durch Schwefelwasserstoffwasser keine Veränderung er-

leiden. Versetzt man die Flüssigkeit sodann mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammonium, so darf weder eine Fällung noch eine grüne Färbung eintreten.

5. Prüfung auf Arsen.

In eine ca. 200 ccm fassende Entwickelungsflasche des Marsh'schen Apparates werden 10 g arsenfreies, metallisches Zink gebracht und die Wasserstoffentwickelung mit verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang gesetzt; man löst 2 g Natriumphosphat in 50 ccm Wasser, gibt die Lösung in kleinen Mengen in den Marsh'schen Apparat und hält die langsame Gasentwickelung ca. 1 Stunde im Gange; nach dieser Zeit darf sich in der Reduktionsröhre ein Anflug von Arsen nicht zeigen.

6. Prüfung auf Kalium.

Durch ein Kobaltglas betrachtet, soll die durch Natriumphosphat gelb gefärbte Flamme gar nicht oder doch nur vorübergehend rot gefärbt erscheinen.

Natrium pyrophosphoricum puriss. cryst.
Natriumpyrophosphat.

$Na_4 P_2 O_7 + 10H_2O$. Molekulargewicht 446.36.

Weisse, durchscheinende Kristalle, welche in 10 bis 12 Teilen kaltem Wasser, in etwas mehr als 1 Teil siedendem Wasser löslich, in Alkohol unlöslich sind. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch.

Prüfung auf Natriumphosphat.

Die wässerige Lösung von Natriumpyrophosphat (1:20) soll mit Silbernitratlösung eine rein weisse Fällung geben.

Die übrigen Prüfungen werden ausgeführt, wie bei Natrium phosphoricum beschrieben wurde.

Natrium sulfuratum puriss. cryst. Natriumsulfid. Schwefelnatrium.

$Na_2S + 9H_2O$. Molekulargewicht 240.24.

Farblose, durchsichtige Kristalle, welche sich in Wasser leicht und klar lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch. Das Präparat enthält mindestens 97 % $Na_2S + 9H_2O$.

1. Püfung auf Ammoniumsalze.

   Werden 3 g Natriumsulfid in 20 ccm Wasser gelöst und mit Natronlauge erwärmt, so darf kein Ammoniak entweichen, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

2. Quantitative Bestimmung und Prüfung auf Sulfit und Thiosulfat.

   a) Man löst 1 g Natriumsulfid in 100 ccm Wasser; 20 ccm dieser Lösung lässt man einfliessen in eine Mischung von 20 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung und 3 ccm Salzsäure (1.124), welche man mit 100 ccm Wasser verdünnt hat. Der Überschuss von Jod wird unter Anwendung von Stärkelösung mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert.

   1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.012015 g $Na_2S + 9H_2O$.

   b) Man versetzt 100 ccm einer Lösung von 1 g Natriumsulfid in 100 ccm Wasser mit einer Lösung von 2 g kristallisiertem Zinksulfat in 150 ccm Wasser und filtriert nach tüchtigem Umschütteln und halbstündigem Stehen. 50 ccm des Filtrates werden unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung titriert. Bis zum Eintritt der Blaufärbung soll nicht mehr als 0.1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung verbraucht werden.

Natrium sulfuricum puriss. cryst.
Natriumsulfat.

$Na_2SO_4 + 10 H_2O$. Molekulargewicht 322.32.

Farblose, verwitternde Kristalle, in 3 Teilen kaltem, in 0.4 Teilen siedendem Wasser löslich, in Alkohol unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf in Wasser unlösliche Verunreinigungen.

   5 g Natriumsulfat sollen sich in 50 ccm Wasser klar lösen.

2. Prüfung auf Chlorid, Schwermetalle, Kalk und Magnesia.

   Je 20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) sollen weder durch Schwefelwasserstoffwasser noch durch Ammoniumoxalat- oder Silbernitrat- oder Natriumphosphatlösung verändert werden.

3. Prüfung auf Eisen.

   Die Lösung von 1 g Natriumsulfat in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure und Kaliumrhodanidlösung farblos bleiben.

4. Prüfung auf Arsen.

   20 g arsenfreies, metallisches Zink werden in einen ca. 200 ccm fassenden Entwickelungskolben des Marsh'schen Apparates gebracht und die Wasserstoffentwickelung mit verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang gesetzt. Man löst 2 g Natriumsulfat in 20 ccm Wasser, bringt die Lösung in kleinen Mengen in den Marsh'schen Apparat und hält die langsame Gasentwickelung ca. eine halbe Stunde im Gange; nach dieser Zeit darf sich kein Arsenanflug in der Reduktionsröhre zeigen.

Natrium sulfurosum.
Natriumsulfit.

1. Natrium sulfurosum pur. cryst. Kristallisiertes Natriumsulfit.

$Na_2SO_3 + 7H_2O$. Molekulargewicht 252.27.

Farblose, prismatische, an der Luft verwitternde Kristalle, leicht löslich in Wasser. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch.

1. Prüfung auf Schwermetalle und Arsen.

Wird ausgeführt, wie bei Natrium bisulfurosum beschrieben wurde.

2. Quantitative Bestimmung.

Man löst 1 g Natriumsulfit in 100 ccm ausgekochtem Wasser; von dieser Lösung lässt man aus einer Bürette unter beständigem Umschütteln in eine Mischung von 30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung und 5 ccm Salzsäure (1.124) einfliessen, bis vollständige Entfärbung eintritt.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.0126135 g $Na_2SO_3 + 7H_2O$.

2. Natrium sulfurosum pur. sicc. Getrocknetes Natriumsulfit.

Na_2SO_3. Molekulargewicht 126.16.

Weisses Pulver, welches 85—90 % wasserfreies Natriumsulfit enthält.

Die Prüfungen und die quantitative Bestimmung werden ausgeführt, wie bei Natrium sulfurosum pur. cryst. beschrieben wurde.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.006308 g Na_2SO_3.

Natrium wolframicum puriss.
Natriumwolframat.

$Na_2WO_4 + 2H_2O$. Molekulargewicht 330.13.

Farblose Prismen oder rhombische Tafeln, welche sich in 4 Teilen Wasser lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch.

1. Prüfung auf den richtigen Wassergehalt.
   Wird 1 g Natriumwolframat schwach geglüht, so soll der Glührückstand 0.88 g betragen.

2. Prüfung auf Chlorid.
   Die Lösung von 1 g Natriumwolframat in 20 ccm Wasser wird mit 5 ccm Salpetersäure (1.153) versetzt und filtriert. Das Filtrat darf nach Zusatz von einigen Tropfen Silbernitratlösung innerhalb 10 Minuten höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Sulfat.
   Die Lösung von 1 g Natriumwolframat in 25 ccm Wasser wird mit 5 ccm Salpetersäure (1.153) 10—15 Minuten gekocht und sodann filtriert. 20 ccm des Filtrats sollen durch Baryumnitratlösung nicht sofort getrübt werden.

4. Quantitative Bestimmung.
   Man versetzt die Lösung von 1 g Natriumwolframat in 10 ccm Wasser mit 10 ccm Salzsäure (1.124) und verdampft auf dem Wasserbade zur Trockene, erhitzt den Rückstand eine halbe Stunde auf 120°, fügt dann 20 ccm Salzsäure (1.124) hinzu und wiederholt die ganze Operation drei- oder viermal. Schliesslich digeriert man den Rückstand mit Ammoniumnitratlösung, der etwas Salpetersäure zugesetzt wurde, filtriert, wäscht die Wolframsäure mit verdünnter Salpetersäure aus, trocknet, glüht und wägt den Rückstand. Das Gewicht des Glührückstandes betrage 0.69 g.

Natrium-Amalgam. (2 % Na).

Graue, etwa erbsengrosse Stücke, welche 2 % metallisches Natrium enthalten.

Bestimmung des Gehaltes an Natrium.

Man trägt 10 g Natriumamalgam in 100 ccm Wasser ein und lässt die Mischung unter öfterem Umschütteln so lange stehen, bis keine Wasserstoffentwickelung mehr stattfindet. Nunmehr titriert man unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.02305 g Natrium.

Natrium-Ammonium phosphoricum puriss. Natrium-Ammoniumphosphat. Phosphorsalz.

$(NH_4) Na HPO_4 + 4 H_2O$. Molekulargewicht 209.19.

Farblose, monokline Kristalle, in 5 Teilen Wasser löslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch. Das Phosphorsalz muss, am Platindraht geschmolzen, eine klare und farblose Perle liefern.

Die Prüfungen sollen ausgeführt werden, wie sie bei Natrium phosphoricum puriss. cryst. beschrieben wurden.

Natrium-Kalium carbonicum puriss. fusum anhydric.

zur Kohlensäureentwickelung nach Kreußler.

Weisse Stangen, die zur Entwickelung luftfreier Kohlensäure Verwendung finden.

Nitrobenzaldehyd (ortho).

$C_6 H_4 (NO_2) CHO$. Molekulargewicht 151.07.

Hellgelbe Nadeln, welche bei 45—46° schmelzen und in Alkohol und Äther leicht löslich sind.

Nitron

für gravimetrische Salpetersäurebestimmung, nach M. Busch.

1.4 Diphenyl- 3,5 endanilo-dihydrotriazol.

$C_{20}H_{16}N_4$. Molekulargewicht 312.28.

Glänzende, gelbe Blättchen oder amorphes Pulver. Schmelzpunkt 189° unter Zersetzung. Nitron ist löslich in Alkohol, Chloroform, Azeton und Essigäther, schwer löslich in Äther, unlöslich in Wasser. In Alkohol erleidet die Substanz partielle Zersetzung, wie an der eintretenden Rotfärbung der Lösung zu erkennen ist.

Als Reagenz verwendet man eine 10prozentige Lösung von Nitron in 5prozentiger Essigsäure.

Prüfung.

1 g Nitron soll sich in 10 ccm 5prozentiger Essigsäure leicht und fast vollständig lösen.

Anmerkung. Literatur: M. Busch: Gravimetrische Bestimmung der Salpetersäure, Berichte der Deutschen Chemischen Gesellschaft Berlin 1905, Seite 861, und Zeitschrift für angewandte Chemie 1905, Seite 494.

Nitrophenolum.
Nitrophenol.

$C_6H_4(OH).(NO_2)$. Molekulargewicht 139.08.

a) Ortho-Nitrophenol.

Schwefelgelbe Nadeln oder Prismen, welche bei 44—45° schmelzen. Nitrophenol ist wenig löslich in kaltem Wasser, reichlich in heissem, leicht in Alkohol und Äther.

b) Para-Nitrophenol.

Farblose Nadeln oder monokline Säulen, welche bei 112° schmelzen.

Para-Nitrophenol ist in Wasser nicht unbeträchtlich, in Alkohol leicht löslich.

Nitroso-β-Naphtholum cryst.
Nitroso-β-Naphthol.

$C_{10}H_6(NO).(OH)$. Molekulargewicht 173.1.

Orangebraune Kristalle, welche bei 109.5° schmelzen. Unlöslich in kaltem, sehr schwer in siedendem Wasser. In Äther, Benzol und heissem Alkohol ist Nitroso-β-Naphthol sehr leicht löslich.

Palladium metallicum.
Palladium.

Pd. Atomgewicht 106.5.

Palladium kommt in Form von Blech und Draht, in seinem Aussehen dem Platin sehr ähnlich und als Palladiumschwamm (Mohr), eine graue, schwammige Masse, in den Handel. Das kompakte Metall ist in Königswasser löslich; Palladiumschwamm löst sich auch in Salzsäure bei Luftzutritt auf.

1. Unterscheidung des Palladiumblechs von Platinblech.

   Bringt man auf Palladiumblech 1 Tropfen einer alkoholischen Jodlösung und lässt dieselbe an der Luft freiwillig verdunsten, so wird das Palladium an dieser Stelle schwarz; durch Glühen verschwindet die schwarze Farbe wieder. Bei gleicher Behandlung eines Platinblechs entsteht kein Fleck.

2. Prüfung auf Kupfer und Eisen.

   Man löst Palladium in Königswasser und verdampft den Überschuss von Säure auf dem Wasserbade. Der Rückstand wird in Wasser gelöst und mit Ammoniaklösung versetzt, bis der entstandene fleischfarbene Niederschlag von Palladiumchlorür-Ammoniak wieder gelöst ist. Man leitet in die Flüssigkeit Salzsäuregas ein, wodurch das Palladium

als gelbes Palladosaminchlorid gefällt wird, während Eisen und Kupfer in Lösung bleiben. Der Niederschlag wird abfiltriert und das Filtrat mit Ammoniaklösung im Überschuss versetzt; es darf keine Färbung und keine Fällung eintreten.

Anmerkung. Über die quantitative Bestimmung des Palladiums siehe Fresenius, Anleitung zur quantitativen chemischen Analyse, 6. Auflage, Band I, Seite 348 und 481.

Palladium chloratum sicc.
Palladiumchlorür.

$Pd\,Cl_2$. Molekulargewicht 177.4.

Dunkelbraune, zerfliessliche Masse, in Wasser leicht löslich.

Über die quantitative Bestimmung siehe Anmerkung bei Palladium metallicum.

Palladium nitricum sicc.
Salpetersaures Palladiumoxydul.

$Pd\,(NO_3)_2$. Molekulargewicht 230.58.

Braunes, zerfliessliches Salz, welches sich infolge eines stets vorhandenen Gehaltes an basischen Salzen in Wasser trübe löst.

Über die quantitative Bestimmung siehe Anmerkung bei Palladium metallicum.

Palladium-Natrium chloratum sicc.
Natrium-Palladiumchlorür.

$Pd\,Cl_2 + 2\,Na\,Cl$. Molekulargewicht 294.4.

Rotes, zerfliessliches, in Wasser und Alkohol lösliches Salz.

Über die quantitative Bestimmung siehe Anmerkung bei Palladium metallicum.

Phenacetolinum.
Phenazetolin.

Brauner Farbstoff, der in Alkohol löslich ist.

Phenazetolin ist ein Reaktionsprodukt, welches bei der Einwirkung von konzentrierter Schwefelsäure und Eisessig auf Phenol entsteht.

Der Indikator wird dargestellt, indem man 1 g Phenazetolin in der Wärme mit Alkohol digeriert, die Lösung auf 100 ccm auffüllt und filtriert.

Prüfung auf Empfindlichkeit.

Man versetzt 100 ccm destilliertes Wasser mit 2 Tropfen des Indikators. Auf Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge soll die hellbraune Farbe des Wassers in Rosa und nach Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure in Goldgelb umschlagen.

Phenolphtaleinum pur.
Phenolphtaleïn.

$C_{20}H_{14}O_4$. Molekulargewicht 318.11.

Weisses oder gelblichweisses Pulver, welches in Alkohol leicht löslich ist und zwischen 250 und 253° schmilzt. Phenolphtaleïn wird als Indikator in Lösung von 1 g in 100 ccm Alkohol (85 %) angewendet.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   0.5 g Phenolphtaleïn sollen, auf dem Platinblech erhitzt, verbrennen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

2. Prüfung auf Löslichkeit in Alkohol.

   1 g Phenolphtaleïn soll sich in 10 ccm Alkohol (85 %) klar auflösen; die alkoholische Lösung (1 : 100) sei farblos.

3. Prüfung auf Empfindlichkeit.

   250 ccm ausgekochten und wieder erkalteten Wassers, mit 3—5 Tropfen Phenolphtaleïnlösung

versetzt, dürfen nicht mehr als 0.05 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Kalilauge gebrauchen, um von Farblos in Violett (nicht Rot) übergehen.

4. Prüfung auf Fluoran.

0.50 g Phenolphtaleïn sollen sich in einer Mischung von 1 ccm Natronlauge (1.168—1.172) und 50 ccm Wasser vollständig lösen.

Phenylhydrazinum puriss.
Phenylhydrazin.

$C_6H_5-NH-NH_2$. Molekulargewicht 108.14.

Farblose oder schwach gelbliche, stark lichtbrechende Flüssigkeit, welche bei 233° siedet und beim Abkühlen zu monoklinen Tafeln erstarrt, die bei 23° schmelzen.

In kaltem Wasser ist Phenylhydrazin wenig löslich, leichter in heissem Wasser, leicht in Alkohol und in Äther.

2 ccm Phenylhydrazin sollen, mit 20 ccm 2prozentiger Essigsäure geschüttelt, eine klare Lösung geben.

Phloroglucinum puriss., diresorzinfrei.
Phlorogluzin.

$C_6H_3(OH)_3 + 2H_2O$. Molekulargewicht 162.08.

Weisses oder schwach gelblich gefärbtes, kristallinisches Pulver, welches bei 100° sein Kristallwasser verliert und bei raschem Erhitzen bei 217—219°, bei langsamem Erhitzen viel niedriger (200—209°) schmilzt. Phlorogluzin ist leicht löslich in Wasser, Alkohol und Äther.

Prüfung auf Diresorzin.

Man erwärmt einige Milligramme Phlorogluzin mit 1 ccm konzentrierter Schwefelsäure und 1—2 ccm Essigsäureanhydrid 5—10 Minuten lang im siedenden Wasserbade; es darf keine blauviolette Färbung eintreten.

Platinum metallicum.
Platin.

Pt. Atomgewicht 194.8.

Das Platin kommt in kompaktem Zustand, als Blech oder Draht, dann in fein verteiltem Zustand, als Platinschwamm und Platinmohr in den Handel. Das metallische Platin ist silberweiss, der Platinschwamm stellt eine graue, schwammige Masse, der Platinmohr ein schwarzes Pulver dar.

Zur Prüfung löst man 1 g Platin in Königswasser, dampft die Lösung auf dem Wasserbade zur Trockene ein und verwandelt das zurückgebliebene Platinchlorid durch starkes Glühen in Platinschwamm. Behandelt man letzteren mit verdünnter Salpetersäure (1.153) und filtriert, so darf das Filtrat nach dem Eindampfen nur Spuren von Rückstand hinterlassen.

Prüfung auf Silber.

Platin wird in Königswasser gelöst und die Lösung auf dem Wasserbade vollständig eingedampft. Der Abdampfrückstand wird in Wasser gelöst; ein weisser Rückstand darf nicht bleiben.

Anmerkung. Bezüglich einer weiteren Prüfung von Platin auf geringe Verunreinigung sei auf die Arbeit von Mylius und Foerster: Über die Herstellung und Beurteilung von reinem Platin (Berichte der Deutschen Chemischen Gesellschaft Berlin 1892, Band I, Seite 665) verwiesen.

Platinum chloratum siccum.
Platinchlorid-Chlorwasserstoff. Platinchlorid.

$Pt Cl_4 + 2 HCl + 6 H_2O$. Molekulargewicht 517.61.

Braunrote, kristallinische, sehr hygroskopische Salzmasse, welche sich in Wasser, Alkohol und Äther mit gelber Farbe löst. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Löslichkeit in absolutem Alkohol.

1 g Platinchlorid soll sich in 10 ccm absolutem Alkohol vollständig und klar lösen.

Ebenso ist Platinchlorid in Wasser klar löslich; diese Lösung sei rein gelb und nicht rot oder dunkelbraun, was auf Anwesenheit von Platinchlorür oder Iridium hindeuten würde.

2. Prüfung des Glührückstandes auf in Salpetersäure lösliche Verunreinigungen.

2 g Platinchlorid werden stark geglüht, wobei 0.752 g Rückstand bleiben sollen. Der zurückbleibende Platinschwamm wird mit verdünnter Salpetersäure (5 ccm Salpetersäure 1.153 und 20 ccm Wasser) auf dem Wasserbade eine Viertelstunde digeriert; sodann filtriert man, dampft das Filtrat auf dem Wasserbade ein und glüht den Abdampfrückstand. Der Glührückstand soll nicht mehr als 0.005 g betragen.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Platinchlorid in 20 ccm Wasser soll auf Zusatz von Baryumchloridlösung und nach 3stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

4. Prüfung auf Nitrat.

Mischt man 2 ccm der Lösung (1:10) mit 2 ccm konzentrierter Schwefelsäure und überschichtet diese Mischung mit 2 ccm Ferrosulfatlösung, so darf an der Berührungsfläche der beiden Flüssigkeiten auch nach längerem Stehen keine braunrote Zone entstehen.

5. Prüfung auf Baryumsalz.

Die Lösung des Platinchlorids (1:20) darf auf Zusatz von einigen Tropfen Schwefelsäure auch nach 3stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

Plumbum aceticum puriss.
Bleiazetat.

Pb $(CH_3 . COO)_2 + 3 H_2O$. Molekulargewicht 378.99.

Farblose, durchscheinende Kristalle, in 2.3 Teilen Wasser oder in 29 Teilen Alkohol (85 %) löslich. Alle wässerigen Lösungen zum Zwecke der Prüfung sind mit ausgekochtem, kohlensäurefreiem Wasser herzustellen.

1. Prüfung auf Erden und Alkalien.

   Man löst 5 g Bleiazetat in ca. 100 ccm Wasser und fällt aus dieser Lösung das Blei mit Schwefelwasserstoff. Das Filtrat vom Schwefelwasserstoffniederschlag wird eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht. Der Glührückstand betrage nicht mehr wie 0.001 g.

2. Prüfung auf Kupfer und Eisen.

   Man löst 2 g Bleiazetat in 40 ccm Wasser und versetzt die Lösung mit 50 ccm Ammoniak (0.96). Sobald sich der Niederschlag abgesetzt hat, filtriert man. Der Niederschlag muss eine rein weisse Farbe haben, und das Filtrat soll farblos sein.

3. Prüfung auf Bleikarbonat und in Wasser unlösliche Verunreinigungen.

   Die Lösung von 5 g Bleiazetat in 50 ccm Wasser sei klar oder nur ganz schwach opalisierend.

4. Prüfung auf Chlorid.

   Die wässerige, mit Salpetersäure angesäuerte Lösung (1:30) soll durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Nitrat.

   Die Lösung von 1 g Bleiazetat in 30 ccm Wasser, welche mit 1 Tropfen Indigolösung schwach blau gefärbt wurde, darf diese Färbung nach Zusatz von 15 ccm konzentrierter Schwefelsäure nicht verlieren.

Plumbum chromicum puriss.
Bleichromat.

$PbCrO_4$. Molekulargewicht 323.

Gelbbraunes Pulver oder braune Stückchen, unlöslich in Wasser, fast vollständig löslich in Salpetersäure und in Ätzalkalien, nicht hingegen in Ammoniaklösung.

1. Prüfung auf wasserlösliche Verunreinigungen.

5 g Bleichromat, fein gepulvert, werden mit 50 ccm warmem Wasser (von ca. 50 °) 5 Minuten geschüttelt; man filtriert, dampft das Filtrat ein und glüht den Abdampfrückstand. Der Glührückstand betrage nicht mehr wie 0.001 g.

2. Prüfung auf organische Substanzen.

Das chromsaure Blei soll beim Glühen keine Kohlensäure abgeben.

Bleichromat, welches zur Elementaranalyse organischer Verbindungen verwendet wird, soll im Sauerstoffstrom schwach geglüht werden, da es nach Ritthausen (Journal für praktische Chemie [N. F.] **25**, 141) beim Ausglühen an der Luft Kohlenstoff zurückhält, der nur durch Glühen im Sauerstoffstrom verbrannt werden kann.

Plumbum oxydatum puriss.
Bleioxyd.

PbO. Molekulargewicht 222.9.

Gelbes oder rötlichgelbes Pulver, fast unlöslich in Wasser (1 : 12000), löslich in Salpetersäure, Essigsäure und Kalilauge.

1. Prüfung auf in Essigsäure unlösliche Verunreinigungen.

2 g Bleioxyd werden mit 5 ccm Wasser übergossen und mit 10 ccm verdünnter Essigsäure ver-

setzt, wobei Gasentwickelung nicht stattfinden soll. Man kocht die Flüssigkeit einige Minuten lang und filtriert nach dem Erkalten. Der ungelöste Rückstand betrage nach dem Auswaschen und Trocknen bei 100° höchstens 0.005 g.

2. Prüfung auf Karbonat.

5 g Bleioxyd dürfen durch Glühen bis zum Schmelzen nicht mehr als 0.005 g an Gewicht verlieren.

3. Prüfung auf Kupfer und Tonerde.

2 g Bleioxyd werden in 10 ccm Salpetersäure (1.153) und 5 ccm Wasser unter Erwärmen gelöst. Man fügt zur klaren Lösung 15 ccm verdünnte Schwefelsäure und filtriert den entstandenen Niederschlag, nachdem er sich abgesetzt hat, ab. Wird das Filtrat mit Ammoniaklösung im Überschuss versetzt, so nehme die Flüssigkeit weder eine blaue Farbe an, noch erfolge die Abscheidung eines Niederschlages.

4. Prüfung auf Nitrat und Nitrit.

1 g Bleioxyd wird mit 5 ccm Wasser übergossen und mit Hilfe von 5 ccm verdünnter Essigsäure gelöst. Wird diese Lösung mit 1 Tropfen Indigolösung blau gefärbt, so darf nach Zusatz von 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure die blaue Farbe nicht verschwinden.

5. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Bleioxyd in 5 ccm Salpetersäure (1.153), mit 20 ccm Wasser verdünnt, soll durch Zusatz von Silbernitratlösung nicht verändert werden.

6. Prüfung auf Erden, Gips und Alkalien.

1 g Bleioxyd wird in 10 ccm verdünnter Essigsäure gelöst, die Lösung mit 100 ccm Wasser

verdünnt und mit Schwefelwasserstoffgas übersättigt. Der Niederschlag wird abfiltriert, das Filtrat eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht. Der Glührückstand betrage nicht mehr als 0.003 g.

Plumbum peroxydatum.
Bleisuperoxyd.

$Pb\ O_2$. Molekulargewicht 238.9.

1. Plumbum peroxydatum puriss. (manganfrei).

Dunkelbraunes, amorphes Pulver, welches in Wasser unlöslich ist. Das Präparat enthält 97.5—99 % Bleisuperoxyd.

1. Prüfung auf Chlorid.

5 g Bleisuperoxyd werden mit 60 ccm Wasser und 5 ccm Salpetersäure (1.153) zum Sieden erhitzt. Die Flüssigkeit wird filtriert. 30 ccm des Filtrats werden mit Silbernitratlösung versetzt; die Flüssigkeit darf höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

5 g Bleisuperoxyd werden mit 30 ccm einer kalt gesättigten, wässerigen Lösung von Natriumbikarbonat 3—4 Stunden lang unter häufigem Umschütteln behandelt. Sodann wird filtriert, das Filtrat mit Salzsäure angesäuert, die Lösung 10 Minuten gekocht und mit 2 ccm Baryumchloridlösung versetzt. Nach 12stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

3. Prüfung auf wasserlösliche Verunreinigungen (Bleinitrat etc.).

2 g Bleisuperoxyd werden mit 60 ccm Wasser zum Sieden erhitzt und filtriert; 40 ccm des Filtrats

dürfen nach dem Eindampfen und Glühen nicht mehr als 0.0005 g Rückstand hinterlassen.

4. Prüfung auf Kalk und Alkalien.

2 g Bleisuperoxyd werden mit 25 ccm Salzsäure (1.124) versetzt; die Flüssigkeit wird mit 200 ccm Wasser verdünnt, zur Entfernung des Chlors 10 Minuten lang gekocht und mit Schwefelwasserstoffgas übersättigt. Der Niederschlag wird abfiltriert, das Filtrat eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht. Der Glührückstand betrage nicht mehr als 0.002 g.

5. Prüfung auf Mangan.

5 g Bleisuperoxyd werden mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure bis zur vollständigen Zersetzung erwärmt. Die erkaltete Masse wird in 20 ccm Wasser eingetragen und mit 0.5 g Bleisuperoxyd versetzt. Erwärmt man nun neuerdings, so darf die Flüssigkeit eine rote Farbe nicht annehmen.

6. Quantitative Bestimmung.

1 g Bleisuperoxyd wird in einer etwa 300 ccm fassenden Porzellanschale mit 30 ccm Salpetersäure (1.153) gelinde erwärmt. Man setzt unter Umrühren 30 ccm $^1/_2$ Normal-Oxalsäurelösung zu und erhitzt zum Sieden. Das Bleisuperoxyd muss bei dieser Behandlung vollständig gelöst werden; die Lösung sei klar und farblos. Man erhält die Flüssigkeit im Sieden und lässt so lange $^1/_2$ Normal-Kaliumpermanganatlösung zufliessen, bis die durch einen Tropfen der Permanganatlösung bewirkte Rosafärbung innerhalb einer halben Minute nicht völlig verschwindet. Hierzu sollen 13.5—13.7 ccm $^1/_2$ Normal-Kaliumpermanganatlösung notwendig sein.

1 ccm $^1/_2$ Normal-Oxalsäurelösung = 0.05973 g Bleisuperoxyd.

2. Plumbum peroxydatum puriss.

für Elementaranalyse nach Dennstedt.*)

Dunkelbraunes, amorphes Pulver, welches in Wasser unlöslich ist.

1. Prüfung auf Chlorid.

   Ist auszuführen, wie beim manganfreien Bleisuperoxyd beschrieben wurde.

2. Prüfung auf Kalk und Alkalien.

   Ebenso.

3. Prüfung auf Sulfat.

   25 g Bleisuperoxyd werden mit 50 ccm einer kalt gesättigten, wässerigen Lösung von Natriumbikarbonat 3—4 Stunden unter häufigem Umschütteln behandelt. Sodann wird filtriert, das Filtrat mit Salzsäure angesäuert, die Lösung 10 Minuten gekocht und mit 2 ccm Baryumchloridlösung versetzt. Nach 12stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

4. Prüfung auf Nitrat.

   1 g Bleisuperoxyd wird mit einer Mischung von 5 ccm verdünnter Essigsäure und 10 ccm Wasser gekocht und die Flüssigkeit sodann filtriert. Das Filtrat wird mit einem Tropfen Indigolösung (1 : 1000) schwach blau gefärbt. Diese Färbung darf auf Zusatz von 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure nicht verschwinden.

5. Prüfung auf Karbonat.

   Übergiesst man 5 g Bleisuperoxyd mit Salpetersäure (1.153), so darf keine, auch nicht durch die Lupe erkennbare Gasentwickelung eintreten.

6. Quantitative Bestimmung.

   Ist auszuführen, wie beim manganfreien Bleisuperoxyd beschrieben wurde.

---

*) Literatur: Zeitschrift für analytische Chemie 1902, S. 525: ferner Anleitung zur vereinfachten Elementaranalyse von Professor Dr. M. Dennstedt 1903, Hamburg, O. Meissners Verlag.

Resorcinum puriss. resublimat. albiss.
Resorzin.

$C_6 H_4 (OH)_2$. Molekulargewicht 110.04.

Farblose Kristalle von kaum merklichem eigenartigem Geruch, in etwa 1 Teil Wasser, etwa 1 Teil Alkohol, in Äther und in Glyzerin leicht löslich, in Chloroform und Schwefelkohlenstoff schwer löslich. Resorzin verflüchtigt sich beim Erwärmen und schmilzt bei 110—111 °. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   1 g Resorzin soll sich beim Erhitzen verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

2. Prüfung auf Diresorzin und Phenol.

   1 g Resorzin muss sich in 20 ccm Wasser klar auflösen; diese Lösung soll beim Erwärmen keinen Phenolgeruch abgeben.

3. Prüfung auf freie Säuren, z. B. Salicylsäure.

   Löst man 1 g Resorzin in 10 ccm Alkohol und gibt 1 Tropfen Lackmoidlösung zu, so erhält man eine weinrot gefärbte Flüssigkeit, welche nach Zusatz von 1 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge eine blaue Farbe annehmen muss.

Solutio Stanni chlorati.
Zinnchlorürlösung.

Schwach gelblich gefärbte, stark lichtbrechende Flüssigkeit, deren spezifisches Gewicht mindestens 1.90 betragen soll. Sie wird erhalten, indem man 5 Teile Zinnchlorür mit 1 Teil Salzsäure (1.124) zu einem Brei anrührt und letzteren mit trockenem Chlorwasserstoff sättigt.

1. **Prüfung auf durch Alkohol fällbare Verunreinigungen.**

   Mit 10 Raumteilen Alkohol (85 %) vermischt, soll die Zinnchlorürlösung auch nach Verlauf einer Stunde nicht getrübt werden.

2. **Prüfung auf Schwefelsäure.**

   5 ccm Zinnchlorürlösung, mit 50 ccm Wasser verdünnt, sollen nach Zusatz von Baryumchloridlösung nicht getrübt werden.

Stannum metallicum pur.
Zinn.

Sn. Atomgewicht 119.

Fast silberweisses, weiches Metall, welches bei 231° schmilzt. Zinn wird von heisser Salzsäure unter Bildung von Zinnchlorür gelöst; von konzentrierter heisser Salpetersäure wird es in unlösliche Zinnsäure verwandelt.

Prüfung auf Blei, Kupfer, Eisen und Zink.

5 g Zinn werden mit 40 ccm Salpetersäure auf dem Wasserbade digeriert, bis die vollständige Umwandlung des Metalls in ein weisses Pulver erreicht ist. Man dampft vollständig ein, rührt den Abdampfrückstand mit 10 ccm verdünnter Salpetersäure (1.153) und 50 ccm Wasser an und filtriert. Das Filtrat versetzt man mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure und dampft es auf dem Wasserbade soweit wie möglich ein. Den Abdampfrückstand nimmt man mit 10 ccm Wasser auf. Es soll an Unlöslichem nichts Wägbares zurückbleiben (Pb). Man filtriert nötigenfalls und versetzt das Filtrat mit Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion. Die Flüssigkeit darf keine blaue Farbe annehmen (Cu). Man versetzt mit Schwefelammonium und lässt die Mischung 4—5 Stunden bei ca. 50° stehen. Ein etwa entstandener Niederschlag betrage nach dem Glühen nicht mehr als 0.002 g (Fe, Zn).

Stannum chloratum cryst. pur.
Zinnchlorür.

$SnCl_2 + 2H_2O$. Molekulargewicht 225.93.

Farblose Kristalle, welche sich in salzsäurehaltigem Wasser und Alkohol leicht und vollständig lösen. Durch viel Wasser wird die Zinnchlorürlösung zersetzt unter Abscheidung eines basischen Stannochlorids.

1. Prüfung auf Sulfat.

   Man löst 1 g Zinnchlorür in 5 ccm Salzsäure (1.19) und verdünnt mit 50 ccm Wasser; diese Lösung soll durch Baryumchloridlösung keine Veränderung erleiden.

2. Prüfung auf Ammoniumverbindungen.

   Wird 1 g Zinnchlorür mit 10 ccm Natronlauge (1.3) erhitzt, so darf Ammoniak nicht entweichen, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

3. Prüfung auf Erden, Alkalien und Eisen.

   2 g Zinnchlorür werden in 10 ccm Salzsäure (1.19) gelöst. Man verdünnt die Lösung mit 100 ccm Wasser und leitet in dieselbe bis zur vollständigen Ausfällung des Zinns Schwefelwasserstoff ein. Der Niederschlag wird abfiltriert, das Filtrat eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht. Der Glührückstand betrage nicht mehr als 0.001 g. Erwärmt man den Glührückstand mit 1 ccm Salzsäure (1.124), verdünnt dieselbe sodann mit 20 ccm Wasser und versetzt die Flüssigkeit mit Kaliumrhodanidlösung, so darf höchstens schwache Rotfärbung eintreten.

4. Prüfung auf Arsen.

   2 g Zinnchlorür werden mit 10 ccm Salzsäure (1.19) einige Minuten gekocht; die Flüssigkeit soll während einer Stunde klar und farblos bleiben.

5. Quantitative Bestimmung.

Man löst 0.5 g Zinnchlorür in 2 ccm Salzsäure (1.19) und verdünnt die Lösung mit 50 ccm Wasser. Sodann versetzt man mit 5 g Seignettesalz (Tartarus natronatus) und Natriumbikarbonat, bis die Flüssigkeit gegen Lackmuspapier alkalisch reagiert. Man titriert nunmehr unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.0112966 g $SnCl_2 + 2H_2O$.

Stibium oxydatum.
Antimontrioxyd.

Sb_2O_3. Molekulargewicht 288.4.

Weisses Pulver, unlöslich in Wasser, löslich in Salzsäure, Weinsäure und sauren weinsauren Alkalien, ferner in Kali- oder Natronlauge.

Antimontrioxyd reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Arsen.

Die Lösung von 1 g Antimontrioxyd in 3 ccm Salzsäure (1.19) soll nach Zusatz von 3 ccm Zinnchlorürlösung im Laufe einer Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

Man löst 1 g Antimontrioxyd unter Erwärmen in 30 ccm Natronlauge (1.3), verdünnt die Lösung mit 20 ccm Wasser und fügt Schwefelwasserstoffwasser hinzu, es darf weder ein weisser noch ein braunschwarzer Niederschlag entstehen.

3. Prüfung auf Chlorid.

1 g Antimontrioxyd wird unter Erwärmen in 30 ccm Natronlauge (1.3) gelöst. Man fügt zur Lösung 70 ccm Salpetersäure (1.153), filtriert und versetzt das Filtrat mit Silbernitratlösung. Die Flüssigkeit darf höchstens leicht getrübt werden, aber keinen Niederschlag abscheiden.

Thymolum cryst.
Thymol.

$C_6 H_3 . \overset{1}{(CH_3)} \overset{3}{(OH)} . \overset{4}{(C_3 H_7)}$. Molekulargewicht 150.11.

Farblose, hexagonale Kristalle, die in Alkohol, Äther, Chloroform leicht, in Wasser dagegen schwer (1:1100) löslich sind. Thymol schmilzt bei 50—51° und siedet bei 228—230°.

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

   1 g Thymol soll nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf freie Säuren.

   Blaues Lackmuspapier darf weder von der wässerigen noch von der alkoholischen Lösung gerötet werden.

3. Prüfung auf Phenol.

   Die wässerige Lösung (1:1100) darf auf Zusatz von Bromwasser nur milchig getrübt werden, aber keinen kristallinischen Niederschlag geben. Dieselbe Lösung darf durch Eisenchlorid nicht violett gefärbt werden.

Uranium aceticum puriss. cryst., natronfrei.
Uranylazetat.

$(CH_3 . COO)_2 Ur O_2 + 2 H_2O$. Molekulargewicht 424.58.

Gelbes, in Wasser leicht lösliches, kristallinisches Pulver. Da das Präparat zumeist etwas basisches Salz enthält, so erhält man klare Lösungen nur nach Zusatz von wenig Essigsäure.

1. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Uranylazetat in 20 ccm Wasser und 2—3 ccm verdünnter Essigsäure soll durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Natron.

5 g Uranylazetat werden unter Zusatz von 10 ccm verdünnter Essigsäure in 200 ccm Wasser gelöst. Man versetzt die Lösung in der Siedhitze mit Ammoniaklösung im Überschuss, filtriert und dampft das Filtrat zur Trockene ein. Der Abdampfrückstand wird geglüht und der Glührückstand nach dem Lösen in Wasser unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert.

Bis zum Eintritt der Rotfärbung soll nicht mehr als 0.1 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

3. Prüfung auf Erden.

Die Lösung von 1 g Uranylazetat in 20 ccm Wasser und 2—3 ccm verdünnter Essigsäure soll nach Zusatz von Ammoniaklösung und Ammoniumkarbonatlösung im Überschuss klar bleiben.

4. Prüfung auf Uranoxydulsalz.

Die Lösung von 1 g Uranylazetat in 20 ccm Wasser und 1 ccm verdünnter Schwefelsäure soll auf Zusatz von 0.1—0.2 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung gerötet werden.

5. Prüfung auf fremde Metalle.

a) Die zum Sieden erhitzte Lösung von 5 g Uranylazetat in 100 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure (1.124) soll durch Einleiten von Schwefelwasserstoff nicht verändert werden.

b) Die bei der Prüfung 3 erhaltene Flüssigkeit darf nach Zusatz von 2 oder 3 Tropfen Schwefelammoniumlösung weder eine dunkelbraune Farbe annehmen, noch einen Niederschlag abscheiden.

Uranium nitricum puriss.
Uranylnitrat.

$UrO_2(NO_3)_2 + 6\,H_2O$. Molekulargewicht 502.67.

Gelbe, im auffallenden Licht grünlich schillernde Kristalle, die an trockener Luft oberflächlich verwittern. Uranylnitrat ist in Wasser, Alkohol und Äther leicht löslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Sulfat.

   Die wässerige Lösung (1:20) soll durch Baryumchloridlösung innerhalb 15 Minuten nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Salze der Alkalien.

   Wird 1 g Uranylnitrat geglüht, der Glührückstand mit 20 ccm Wasser behandelt, filtriert und das Filtrat eingedampft, so darf kein wägbarer Rückstand bleiben.

3. Prüfung auf Erden.

   Die Lösung von 1 g Uranylnitrat in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von Ammoniaklösung und Ammoniumkarbonatlösung im Überschuss klar bleiben.

4. Prüfung auf Uranoxydulsalz.

   Die Lösung von 1 g Uranylnitrat in 20 ccm Wasser und 1 ccm verdünnter Schwefelsäure soll durch 0.1—0.2 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung gerötet werden.

5. Prüfung auf fremde Metalle.

   a) Die bei Prüfung 3 erhaltene Flüssigkeit darf nach Zusatz von 2 oder 3 Tropfen Schwefelammoniumlösung weder eine dunkelbraune Farbe annehmen, noch einen Niederschlag abscheiden.

b) Die zum Sieden erhitzte Lösung von 5 g Uranylnitrat in 100 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure (1.124) soll beim Einleiten von Schwefelwasserstoff nicht verändert werden.

Xylidinum.
Xylidin.

$C_6 H_3 (CH_3)_2 (NH_2)$. Molekulargewicht 121.12.

Gelbe bis gelbbraune Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 0.981—0.984, welche bei 212—215° siedet.

Prüfung auf in Salzsäure unlösliche Verunreinigungen.

10 ccm Xylidin sollen sich in einem Gemisch von 10 ccm Salzsäure (1.124) und 10 ccm Wasser vollständig klar lösen.

Zincum metallicum.
Zink.

Zn. Atomgewicht 65.4.

Glänzendes, weisses, wenig ins Bläulichgraue spielendes Metall, welches granuliert und in Form von Stangen, ferner in Pulverform in den Handel kommt.

1. Zincum metallic. puriss. (chem. rein).

a) granuliert,
b) in dünnen Stäbchen,
c) in dicken Stäbchen.

1. Prüfung auf Arsen.

20 g Zink werden in eine circa 200 ccm fassende Entwickelungsflasche des Marsh'schen Apparates

gebracht und die Wasserstoffentwickelung mit arsenfreier, verdünnter Schwefelsäure (1:5) im Gange erhalten, bis das Metall fast vollständig gelöst ist. Nach Beendigung des Versuches darf sich in der Reduktionsröhre kein Arsenanflug zeigen.

2. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Verunreinigungen.

10 g Zink werden in einem Kölbchen, welches mit Gummiventil verschliessbar ist, in einem Gemisch von 60 ccm Wasser und 15 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure (1.84) gelöst. Dabei sollen keine schwarzen Flocken ungelöst bleiben. Sobald das Zink gelöst ist, versetzt man die Lösung tropfenweise mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung. Bis zum Eintritt einer deutlichen Rosafärbung sollen nicht mehr als 0.1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung verbraucht werden.

Sollte der Verbrauch an Kaliumpermanganatlösung grösser sein, so ist die verdünnte Schwefelsäure (15 ccm Schwefelsäure und 60 ccm Wasser) zur Kontrolle ohne Zink mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung zu titrieren.

3. Prüfung auf Schwefel, Phosphor etc.

Man bringt in ein schmales Reagenzglas 1 g Zink, 5—10 ccm verdünnte, arsenfreie Schwefelsäure und schiebt in den oberen Teil der Röhre einen Bausch Watte, von dem der durch die Wasserstoffentwickelung mitgerissene Wasserdampf zurückgehalten wird. Über die Mündung des Rohres legt man ein Stück Filtrierpapier, welches man mit einer Silbernitratlösung (1:1) getränkt und sodann vorsichtig getrocknet hat. Die Reaktion ist in einem dunklen Raum, der vollständig frei von Schwefelwasserstoff ist, vorzunehmen. Nach 2stündigem Stehen soll das Silbernitratpapier weder eine Gelbfärbung noch eine Schwärzung zeigen.

2. Zincum metallic. puriss.

a) granuliert,
b) in dicken Stäbchen,
c) in dünnen Stäbchen,
d) in Platten,
e) in Pulver,
f) raspatum.

1. Prüfung auf Arsen.

20 g Zink werden in eine ca. 200 ccm fassende Entwickelungsflasche des Marsh'schen Apparates gebracht und die Wasserstoffentwickelung mit arsenfreier, verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) im Gange erhalten, bis das Metall vollständig gelöst ist. Nach Beendigung des Versuches darf sich in der Reduktionsröhre kein Arsenanflug zeigen.

2. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Verunreinigung.

10 g Zink werden in einem Kölbchen, welches mit Gummiventil verschliessbar ist, in einem Gemisch von 60 ccm Wasser und 15 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure gelöst. Die Lösung soll nur eine sehr geringe Menge von ungelösten schwarzen Flocken zeigen. Sobald das Zink gelöst ist, versetzt man die Lösung tropfenweise mit Normal-Kaliumpermanganatlösung. Bis zum Eintritt einer deutlichen Rosafärbung soll nicht mehr als 0.1 ccm Normal-Kaliumpermanganatlösung verbraucht werden.

Ferner wird Zinc. metallic. puriss. pulv. auf Chlorid geprüft.

5 g Zink werden in einer Mischung von 50 ccm Salpetersäure und 100 ccm Wasser gelöst. Diese Lösung darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Zincum metallicum (arsenfrei).

a) granuliert,
b) in dicken Stäbchen,
c) in dünnen Stäbchen,
d) pulv. gross,
e) raspatum.

Prüfung auf Arsen.

20 g Zink werden in eine etwa 200 ccm fassende Entwickelungsflasche des Marsh'schen Apparates gebracht und die Wasserstoffentwickelung mit arsenfreier, verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang erhalten, bis das Metall fast vollständig gelöst ist. Nach Beendigung des Versuches darf sich in der Reduktionsröhre kein Arsenanflug zeigen.

4. Zincum metallic. pulv.

Zinkstaub.

Graues, feines Pulver, welches ungefähr 90 % metallisches Zink enthält.

1. Prüfung auf Salpeter- und Ammoniak-Stickstoff.

10 g Zinkstaub werden in einer Mischung von 20 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) und 200 ccm Wasser gelöst. Man fügt zur Lösung 100 ccm Natronlauge (1.3), destilliert ca. 50 ccm ab und fängt das Destillat in einer Vorlage auf, die ungefähr 20 ccm Wasser und 2—3 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure enthält. Man titriert das Destillat unter Anwendung von Methylorange mit $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge. Der Verbrauch an Kalilauge darf höchstens um 0.2 ccm geringer sein als die Menge der vorgelegten Säure.

2. Wertbestimmung des Zinkstaubes.

Man bringt 1 g Zinkstaub in ein mit Glasstopfen verschliessbares Fläschchen von etwa 200 ccm Inhalt, gibt einige Glasperlen hinzu und darauf eine Mischung

von 30 ccm Kaliumjodatlösung und 100 ccm Natronlauge. (Kaliumjodatlösung: 15.25 g auf 300 ccm Wasser; Natronlauge: 300 g Natriumhydroxyd auf 1000 ccm Wasser.) Man schüttelt nun den Inhalt des Fläschchens 5 Minuten lang kräftig durch und bringt denselben, ohne zu filtrieren, in einen Messkolben von 1000 ccm Inhalt, füllt zur Marke auf und mischt. Von dieser Lösung werden 100 ccm in einen Joddesstillationsapparat gebracht, nach Hinzufügen von 50 ccm verdünnter Schwefelsäure und Verdrängung der Luft durch Kohlensäure, destilliert und das Jod in Jodkaliumlösung (1:5) aufgefangen. In etwa 20 Minuten ist die Destillation gewöhnlich beendet, was an der Farblosigkeit des Retorteninhaltes zu erkennen ist. Das überdestillierte Jod wird mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert. 6 Jod entsprechen 15 Zink.*)

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Natriumthiosulfatlösung = 0.01635 g Zink.

Zincum chloratum purum sicc.
Zinkchlorid. Chlorzink.

$Zn\,Cl_2$. Molekulargewicht 136.3.

Weisses, an der Luft zerfliessendes Pulver, leicht löslich in Wasser und Alkohol. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Löslichkeit (bas. Zinkchlorid).

Die wässerige Lösung von 1 g Chlorzink in 1 ccm Wasser soll klar oder höchstens schwach getrübt sein; ein in der Lösung bei Zusatz von 3 ccm Alkohol entstehender flockiger Niederschlag soll

*) $15\,Zn + 30\,KOH = 15\,Zn\,(OK)_2 + 15\,H_2$
$5\,KJO_3 + 15\,H_2 = 5\,KJ + 15\,H_2O$
$KJO_3 + 5\,KJ + 3\,H_2SO_4 = 3\,K_2SO_4 + 3\,H_2O + 6\,J$

auf Zusatz von 1 Tropfen Salzsäure (1.124) verschwinden.

2. Prüfung auf Sulfat.

10 ccm der wässerigen, mit einigen Tropfen Salzsäure versetzten Lösung (1:10) sollen durch Baryumchloridlösung nicht getrübt werden.

3. Prüfung auf fremde Metalle und Alkalien.

a) Die mit 1 ccm Salzsäure angesäuerte Lösung von 1 g Chlorzink in 10 ccm Wasser soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

b) 1 g Zinkchlorid soll mit 10 ccm Wasser und 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) eine klare Lösung geben; in derselben soll durch Schwefelwasserstoffwasser ein rein weisser Niederschlag entstehen; die von dem Niederschlag abfiltrierte Flüssigkeit soll nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

Zincum oxydatum puriss.
Zinkoxyd.

Zn O. Molekulargewicht 81.4.

Weisses, einen Stich ins Gelbliche zeigendes, zartes, amorphes Pulver. Zinkoxyd ist in Wasser unlöslich, löslich hingegen in verdünnter Essigsäure und Mineralsäuren.

1. Prüfung auf Arsen.

Eine Mischung aus 1 g Zinkoxyd und 3 ccm Zinnchlorürlösung soll im Laufe einer Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.

2. Prüfung auf Sulfat und Chlorid.

Werden 2 g Zinkoxyd mit 20 ccm Wasser geschüttelt, und wird die Mischung filtriert, so darf

das Filtrat durch Baryumnitratlösung nicht verändert und durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Karbonat, Kalk, Magnesia und fremde Schwermetalle.

1 g Zinkoxyd soll sich in 10 ccm verdünnter Essigsäure vollständig und ohne Aufbrausen lösen. Diese Lösung soll, mit 20 ccm Ammoniaklösung versetzt, eine klare, farblose Flüssigkeit geben, welche weder durch Ammoniumoxalat-, noch durch Natriumphosphatlösung verändert werden darf, nach Zusatz von Schwefelwasserstoff aber einen rein weissen Niederschlag abscheidet.

4. Prüfung auf Verunreinigungen, welche beim Auflösen des Zinkoxyds in verdünnter Schwefelsäure Kaliumpermanganat reduzieren.

3 g Zinkoxyd werden in einer Reibschale sorgfältig mit 20 ccm Wasser, in denen man 0.2 g reinen, oxydulfreien Eisenammoniakalaun gelöst hat, angerieben. Sodann versetzt man die Mischung mit 25 ccm verdünnter Schwefelsäure und bewirkt unter gelindem Erwärmen vollständige Auflösung. Die Lösung wird mit 100 ccm ausgekochtem und wieder erkaltetem Wasser verdünnt und tropfenweise mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganat versetzt. Ein einziger Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung soll dazu genügen, um der Lösung eine deutliche Rosafärbung zu geben.

Zincum sulfuricum puriss. cryst.
Zinksulfat.

$Zn SO_4 + 7 H_2O$. Molekulargewicht 287.57.

Farblose, an trockener Luft langsam verwitternde Kristalle, in 0.6 Teilen Wasser löslich. Die wässerige

Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer. Zinksulfat ist in Alkohol unlöslich.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die wässerige Lösung (1:20) soll durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf fremde Metalle.

Eine Lösung von 0.5 g Zinksulfat in 10 ccm Wasser und 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) soll klar sein und mit Schwefelwasserstoffwasser eine rein weisse Fällung geben.

3. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 1 g Zinksulfat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure durch Kaliumrhodanidlösung nicht gerötet werden.

4. Prüfung auf Nitrat.

Werden 5 ccm einer Zinksulfatlösung (1:10) durch 1 Tropfen Indigolösung blau gefärbt und mit 5 ccm konzentrierter Schwefelsäure versetzt, so darf die blaue Farbe nicht verschwinden.

5. Prüfung auf Ammoniumverbindungen.

Wird 1 g Zinksulfat mit Natronlauge erwärmt, so darf sich Ammoniak nicht entwickeln, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

6. Prüfung auf freie Schwefelsäure.

Schüttelt man 2 g Zinksulfat mit 10 ccm Alkohol (85 %) und filtriert nach 10 Minuten, so soll ein Filtrat erhalten werden, welches nach dem Verdünnen mit 10 ccm Wasser blaues Lackmuspapier nicht verändert.

7. Prüfung auf Arsen.

20 g arsenfreies, metallisches Zink werden in eine ca. 200 ccm fassende Entwickelungsflasche des

Marsh'schen Apparates gebracht und die Wasserstoffentwickelung mit verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang gesetzt; man löst 2 g Zinksulfat in 20 ccm Wasser, gibt die Lösung in kleinen Mengen in den Marsh'schen Apparat und hält die langsame Gasentwickelung ca. eine halbe Stunde im Gange; nach dieser Zeit darf sich kein Arsenanflug in der Reduktionsröhre zeigen.

Atomgewichts-Tabelle.

1905.

Aluminium	Al	27.1	Nickel	Ni	58.7
Antimon	Sb	120.2	Niobium	Nb	94
Argon	A	39.9	Osmium	Os	191
Arsen	As	75.0	Palladium	Pd	106.5
Baryum	Ba	137.4	Phosphor	P	31.0
Beryllium	Be	9.1	Platin	Pt	194.8
Blei	Pb	206.9	Praseodym	Pr	140.5
Bor	B	11	Quecksilber	Hg	200.0
Brom	Br	79.96	Radium	Ra	225
Cäsium	Cs	132.9	Rhodium	Rh	103.0
Cerium	Ce	140.25	Rubidium	Rb	85.5
Chlor	Cl	35.45	Ruthenium	Ru	101.7
Chrom	Cr	52.1	Samarium	Sa	150.3
Eisen	Fe	55.9	Sauerstoff	O	16.00
Erbium	Er	166	Skandium	Sc	44.1
Fluor	F	19	Schwefel	S	32.06
Gadolinium	Gd	156	Selen	Se	79.2
Gallium	Ga	70	Silber	Ag	107.93
Germanium	Ge	72.5	Silizium	Si	28.4
Gold	Au	197.2	Stickstoff	N	14.04
Helium	He	4	Strontium	Sr	87.6
Indium	In	115	Tantal	Ta	183
Iridium	Ir	193.0	Tellur	Te	127.6
Jod	J	126.97	Terbium	Tb	160
Kadmium	Cd	112.4	Thallium	Tl	204.1
Kalium	K	39.15	Thorium	Th	232.5
Kalzium	Ca	40.1	Thulium	Tu	171
Kobalt	Co	59.0	Titan	Ti	48.1
Kohlenstoff	C	12.00	Uran	U	238.5
Krypton	Kr	81.8	Vanadin	V	51.2
Kupfer	Cu	63.6	Wasserstoff	H	1.008
Lanthan	La	138.9	Wismut	Bi	208.5
Lithium	Li	7.03	Wolfram	W	184.0
Magnesium	Mg	24.36	Xenon	X	128
Mangan	Mn	55.0	Ytterbium	Yb	173.0
Molybdän	Mo	96.0	Yttrium	Y	89.0
Natrium	Na	23.05	Zink	Zn	65.4
Neodym	Nd	143.6	Zinn	Sn	119.0
Neon	Ne	20	Zirkonium	Zr	90.6

1 ccm Normal-Kalilauge =

		log.
Acidum aceticum	0.06003 g $CH_3 . COOH$	77837
Acidum aceticum anhydricum	0.051024 g $(CH_3 . CO)_2 O$	70777
Acidum citricum	0.07002 g $C_6 H_8 O_7 + H_2O$	84522
Acidum hydrobromicum	0.08096 g $H Br$	90827
Acidum hydrochloricum	0.036458 g $H Cl$	56179
Acidum hydrofluoricum	0.020 g $H F$	30103
Acidum hydrojodicum	0.12797 g $H J$	10710
Acidum nitricum	0.06304 g HNO_3	79962
Acidum oxalicum cryst.	0.063024 g $(COOH)_2 + 2 H_2O$	79950
Acidum oxalicum sublimat.	0.045008 g $(COOH)_2$	65329
Acidum phosphoricum*)	0.09802 g $H_3 PO_4$	99131
Acidum phosphoricum**)	0.04901 g $H_3 PO_4$	69028
Acidum succinicum	0.05902 g $(C H_2 . COOH)_2$	77100
Acidum sulfuricum	0.049038 g $H_2 SO_4$	69053
Acidum sulfuricum anhydricum	0.04003 g SO_3	60239
Acidum tartaricum	0.07502 g $C_4 H_6 O_6$	87518
Hydroxylaminum hydrochloricum**)	0.06952 g	84211
Kalium bisulfuricum	0.13621 g $K H SO_4$	13421
Natrium bisulfuricum	0.13813 g	14029

*) Indikator: Methylorange.
**) Indikator: Phenolphtaleïn.

			log.
1 ccm Normal-Salzsäure =	Baryum oxydatum hydricum	0.15777 g $Ba(OH)_2 + 8\,H_2O$	19802
	Calcium oxydatum hydricum	0.03705 g $Ca(OH)_2$	56879
	Kalium bicarbonicum	0.10015 g $KHCO_3$	00065
	Kalium carbonicum	0.06915 g K_2CO_3	83979
	Kalium hydricum	0.05615 g KOH	74935
	Liquor Ammonii caustici	0.01706 g NH_3	23198
	Natrium biboricum cryst.*)	0.19113 g $Na_2B_4O_7 + 10\,H_2O$	28132
	Natrium biboricum*) (wasserfrei)	0.10105 g $Na_2B_4O_7$	00453
	Natrium bicarbonicum	0.08405 g $NaHCO_3$	92454
	Natrium carbonicum cryst.	0.14313 g $Na_2CO_3 + 10\,H_2O$	15573
	Natrium carbonicum anhydric.	0.05305 g Na_2CO_3	72469
	Natrium hydricum	0.04005 g Na OH	60260

*) Indikator: Methylorange.

			log.
1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Kalium-permanganatlösung =	Acidum oxalicum cryst.	0.0063024 g $(COOH)_2 + 2H_2O$	79951
	Acidum oxalicum (wasserfrei)	0.0045008 g $(COOH)_2$	65329
	Ammonium oxalicum	0.007108 g $(COONH_4)_2 + H_2O$	85175
	Argentum nitrosum	0.0076985 g $AgNO_2$	88640
	Ferrum	0.00559 g Fe	74741
	Ferro-Ammonium sulfuricum	0.039226 g $FeSO_4 + (NH_4)_2SO_4 + 6H_2O$	59358
	Ferrum sulfuricum oxydulatum	0.027807 g $FeSO_4 + 7H_2O$	44415
	Hydrogenium peroxydatum	0.0017008 g H_2O_2	23065
	Indigotin (Indigoblau)	0.007415 g $C_{16}H_{10}N_2O_2$	87011
	Kalium nitrosum	0.0042595 g KNO_2	62936
	Kalium oxalicum neutrale	0.0092158 g $(COOK)_2 + H_2O$	96453
	Kalium tetraoxalicum	0.006355 g $(COOH)_2.COOK.COOH + 2H_2O$	80312
	Natrium nitrosum	0.0034545 g $NaNO_2$	53838
	Natrium oxalicum	0.006705 g $(COONa)_2$	82640

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung =

		log.
Acidum arsenicosum	0.00495 g As_2O_3	69461
Acidum sulfurosum	0.003203 g SO_2	50556
Ferrum sulfuratum	0.004398 g $Fe\,S$	64326
Kalium bisulfurosum	0.0060105 g $K\,H\,SO_3$	77887
Natrium bisulfurosum	0.0052059 g $Na\,H\,SO_3$	71649
Natrium hyposulfurosum	0.02483 g $Na_2S_2O_3 + 5\,H_2O$	39498
Natrium sulfuratum	0.0120152 g $Na_2S + 9\,H_2O$	07972
Natrium sulfurosum cryst.	0.0126136 g $Na_2SO_3 + 7\,H_2O$	10084
Natrium sulfurosum (wasserfrei)	0.006308 g $Na_2\,SO_3$	79989
Stannum chloratum	0.0112966 g $Sn\,Cl_2 + 2\,H_2O$	05294

			log.
1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung =	Acidum chromicum	0.003336 g CrO_3	52323
	Acidum jodicum	0.002933 g HJO_3	46731
	Acidum jodicum anhydric.	0.0027828 g J_2O_5	44448
	Bromum	0.007996 g Br	90287
	Baryum peroxydatum	0.00847 g BaO_2	92788
	Chlor	0.003545 g Cl	54962
	Ferrum	0.00559 g Fe	74741
	Hydrogenium peroxydatum	0.0017008 g H_2O_2	23065
	Jodum	0.012697 g J	10369
	Kalium bichromicum	0.0049083 g $K_2Cr_2O_7$	69092
	Kalium bijodicum	0.00325082 g $KJO_3 . HJO_3$	51199
	Kalium bromicum	0.00278516 g $KBrO_3$	44485
	Kalium chromicum	0.00648 g K_2CrO_4	81158
	Kalium jodicum	0.0035686 g KJO_3	55250
	Natrium bromicum	0.002517 g $NaBrO_3$	40088

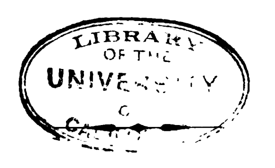
			log.
1 ccm $^{1}/_{5}$ Normal-Salzsäure =	Natrium biboricum cryst.*)	0.038226 g $Na_2B_4O_7 + 10H_2O$	58235
	Natrium biboricum*) (wasserfrei)	0.02021 g $Na_2B_4O_7$	30557
	Natrium oxalicum (nach dem Glühen)	0.01341 g $(COONa)_2$	12743

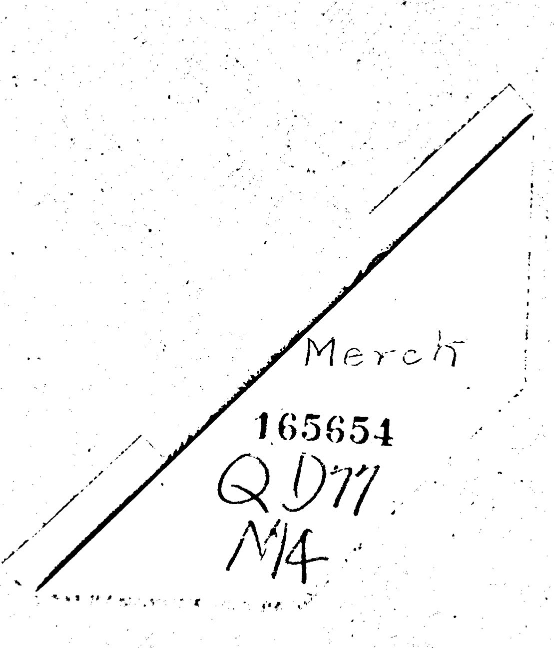
*) Indikator: Methylorange.

			log.
1 ccm $^{1}/_{5}$ Normal-Kalilauge =	Acidum oxalicum cryst.	0.012605 g $(COOH)_2 + 2H_2O$	10055
	Acidum oxalicum (wasserfrei)	0.009001 g $(COOH)_2$	95432
	Acidum sulfuric. anhydricum		
	Kalium bijodicum*)	0.078018 g $KJO_3 . HJO_3$	89219
	Kalium tetraoxalicum*)	0.016947 g $(COOH)_2 . C_2O_4HK + 2H_2O$	22909

*) Indikator: Phenolphtalein.

Deutsches Sachregister.




Merch
165654
QD77
N14

